

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号
特表2002-508438
(P2002-508438A)

(43)公表日 平成14年3月19日(2002.3.19)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 1 1 D 3/22		C 1 1 D 3/22	4 C 0 8 0
A 0 1 N 31/14		A 0 1 N 31/14	4 C 0 8 3
A 6 1 K 7/06		A 6 1 K 7/06	4 H 0 0 3
	7/16	7/16	4 H 0 1 1
A 6 1 L 9/01		A 6 1 L 9/01	H
審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 138 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号 特願2000-539114(P2000-539114)
(86) (22)出願日 平成10年11月17日(1998.11.17)
(85)翻訳文提出日 平成12年6月19日(2000.6.19)
(86)国際出願番号 P C T / U S 9 8 / 2 4 5 3 2
(87)国際公開番号 W O 9 9 / 3 1 2 1 1
(87)国際公開日 平成11年6月24日(1999.6.24)
(31)優先権主張番号 0 8 / 9 9 2 , 1 5 0
(32)優先日 平成9年12月17日(1997.12.17)
(33)優先権主張国 米国 (U S)

(71)出願人 ハーキュリーズ・インコーポレーテッド
HERCULES INCORPORATED
アメリカ合衆国デラウェア州19894-0001,
ウィルミントン, ノース・マーケット・ス
トリート 1313 ハーキュリーズ・プラザ
(72)発明者 モディ, ジャシャワント・ジェイ
アメリカ合衆国デラウェア州19707, ホッ
ケシン, ベラ・ヴィスタ, ラファエル・ロ
ード 57
(74)代理人 弁理士 社本 一夫 (外5名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 家庭用配合物における疎水性に改質された多糖類

(57)【要約】

家庭用配合物製品組成物は、水溶性多糖ポリマー主鎖を含む疎水性に改質された水溶性多糖ポリマー、および
1) アルキル部分が3~24の炭素原子を有する直鎖もしくは枝分れ鎖である3-アルコキシ-2-ヒドロキシプロピル基、もしくは2) C₃-C₂₄アルキル、アリールアルキル、アルキルアリール基およびこれらの混合物の疎水性部分とを含む約0.1~約99重量%のビヒクル系(前記疎水性部分は、1重量%未満の前記多糖を水に可溶性とする量以下の量で存在する)、ならびに少なくとも1つの他の家事用成分からなる。前記組成物は、空気消臭剤/清新剤、敷物および室内装飾品用特殊洗剤、防虫剤ローション、子供のシャボン玉用溶液、シャンプーおよび脱臭剤などのペットケア製品、固形石鹸および事業用液体石鹸、万能台所洗剤および消毒剤、便器洗剤、織物柔軟剤-洗剤、織物柔軟剤、織物サイジング剤、皿洗い洗剤、ビヒクル洗剤およびシャンプーなどの幅広い洗浄、磨き、衛生化、殺虫およびトイレット配合物用途に使用できる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 水溶性多糖ポリマー主鎖と疎水性部分とを含む疎水性改質水溶性多糖ポリマーを含むビヒクル系約0.1～約99重量%、ここで該疎水性部分は $C_3 \sim C_{24}$ アルキル、アリールアルキル、アルキルアリール基およびこれらの混合物よりなる群から選ばれ、かつ疎水性部分は、1重量%未満の前記多糖を水に可溶性とする量以下の量で存在する；並びに

(b) 少なくとも1種の他の家事用成分を含む家庭製品用組成物。

【請求項2】 前記組成物が、家庭用組成物の約0.01～約50重量%の界面活性剤をさらに含む、請求項1に記載の組成物。

【請求項3】 前記界面活性剤が、陰イオン、非イオン、陽イオン、双性イオン及び両性のもの、ならびにこれらの混合物よりなる群から選ばれる、請求項2に記載の組成物。

【請求項4】 前記組成物が、家庭用組成物の約0.1～約99重量%の相溶性溶媒もしくは溶媒混合物をさらに含む、請求項1に記載の組成物。

【請求項5】 前記溶媒もしくは溶媒混合物が、水、水-低級アルカノール混合物、多価アルコールおよびこれらの混合物よりなる群から選ばれる、請求項4に記載の組成物。

【請求項6】 前記溶媒もしくは溶媒混合物が、水、プロピレングリコール、水-グリセリン、ソルビトール-水、水-エタノールおよびこれらの混合物よりなる群から選ばれる、請求項5に記載の組成物。

【請求項7】 前記組成物が、家庭用組成物の約0.1～約99重量%の相溶性溶媒もしくは溶媒混合物をさらに含む、請求項2に記載の組成物。

【請求項8】 前記疎水性に改質された多糖主鎖が、ヒドロキシエチルセルロース(HEC)、ヒドロキシプロピルセルロース(HPC)、メチルセルロース(MC)、ヒドロキシプロピルメチルセルロース(HPMC)、エチルヒドロキシエチルセルロース(EHEC)およびメチルヒドロキシエチルセルロース(MHEC)、ならびに寒天、デキストラン、イナゴマメガム、でんぷん、グアーおよびこれらの非イオン誘導体、ならびにこれらの混合物よりなる群から選ばれ

る、請求項1に記載の組成物。

【請求項9】 前記多糖主鎖がH E Cである、請求項1に記載の組成物。

【請求項10】 前記疎水性部分が3-ブトキシ-2-ヒドロキシプロピルである、請求項1に記載の組成物。

【請求項11】 前記疎水性部分がセチルである、請求項1に記載の組成物。

【請求項12】 前記多糖主鎖がH P Cである、請求項1に記載の組成物。

【請求項13】 前記疎水性部分が4～16の炭素を有するアルキル基である、請求項1に記載の組成物。

【請求項14】 前記組成物が有効粘着化量の塩をさらに含む、請求項4に記載の組成物。

【請求項15】 溶媒および有効量の請求項4に記載の家庭用組成物を含む、空気清新剤／脱臭剤組成物。

【請求項16】 有効量の請求項4に記載の家庭用組成物を含む、防虫剤。

【請求項17】 有効量の請求項7に記載の家庭用組成物を含む、泡発生液体。

【請求項18】 有効量の請求項1に記載の組成物を含む、ペット用シャンプーおよびシャンプーコンディショナー。

【請求項19】 有効量の請求項7に記載の家庭用組成物を含む、液体石鹸製品。

【請求項20】 有効量の請求項1に記載の家庭用組成物を含む、万能洗浄剤。

【請求項21】 有効量の請求項1に記載の家庭用組成物を含む、消毒剤。

【請求項22】 有効量の請求項4に記載の家庭用組成物を含む、かゆみ止めローション。

【請求項23】 有効量の請求項7に記載の家庭用組成物を含む、固形石鹸組成物。

【請求項24】 有効量の請求項7に記載の家庭用組成物を含む、敷物および室内装飾品洗浄組成物。

【請求項25】 有効量の請求項1に記載の家庭用組成物を含む、敷物および室内装飾品用組成物。

【請求項26】 有効量の請求項1に記載の家庭用組成物を含む、敷物用漂白剤。

【請求項27】 有効量の請求項7に記載の家庭用組成物を含む、洗濯用柔軟剤組成物。

【請求項28】 有効量の請求項7に記載の家庭用組成物を含む、皿洗い洗浄剤組成物。

【請求項29】 有効量の請求項7に記載の家庭用組成物を含む、便器洗浄剤組成物。

【請求項30】 有効量の請求項1に記載の家庭用組成物を含む、洗濯用予備予染み抜き剤組成物。

【請求項31】 有効量の請求項7に記載の家庭用組成物を含む、自動洗浄組成物。

【請求項32】 前記家庭用組成物が、水中油もしくは油エマルション中水をさらに含む、請求項1に記載の組成物。

【請求項33】 有効量の請求項1に記載の家庭用組成物を含む、ペット用歯洗浄および脱臭組成物。

【請求項34】 前記疎水性部分が、エーテル、エステルおよびウレタンからなる級から選ばれる結合基により主鎖に付着されている、請求項1に記載の組成物。

【請求項35】 前記結合基がエーテルである、請求項34に記載の組成物。

【請求項36】 前記疎水性部分が、アルキル部分が2～6の炭素原子を有する直鎖もしくは枝分れ鎖である3-アルコキシ-2-ヒドロキシプロピル基である、請求項1に記載の組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、家庭用ケア製品（洗浄、磨き、衛生化、殺虫およびトイレット配合物として定義される）における疎水性に改質された多糖類の使用に関する。より具体的には、本発明は、疎水性物質のアルキル部分が3～24の炭素原子を有する製品におけるそのような多糖類の使用に関する。

発明の背景

本発明に先立って、水溶性多糖類が、洗浄、衛生化、磨き、トイレット配合物、および殺虫配合物；空気消臭剤／清新剤、敷物および室内装飾品用特殊洗剤、防虫剤ローション、万能台所用洗浄剤および消毒剤、便器洗浄剤、織物柔軟剤－洗剤の組合せ、織物柔軟剤、織物サイジング剤、皿洗い洗剤、ビヒクル洗浄剤およびシャンプーなどの用途に使用されてきた。広く使用される市販の多糖類には、メチルセルロース（MC）、ヒドロキシプロピルメチルセルロース（HPMC）、ヒドロキシエチルセルロース（HEC）、ヒドロキシプロピルセルロース（HPC）、エチルヒドロキシエチルセルロース（EHEC）、ヒドロキシプロピル（HP）グアー、ヒドロキシエチルグアー、グアー、でんぷん、ならびに他の非イオンでんぷんおよびグアー誘導体などの水溶性多糖エーテルが含まれる。そのような製品におけるこれら先行技術の多糖類の使用は、他の成分との相溶性、ある他の成分との溶解性、溶液透明性（必要なら）、および製品のアルカリ性（もしくは酸性）条件下での安定性などの加工困難性と結びつけられることがしばしばある。

【0002】

米国特許第5,106,609号、5,104,646号および5,100,658号は、化粧製品における疎水性に改質されたセルロースエーテルの使用を開示している特許の例である。これらの特許は、化粧組成物に使用する疎水性物質における高分子量（すなわち、300,000～700,000）および長鎖アルキル炭素置換（すなわち、8～24炭素）の使用を開示している。また、米国特許第4,228,277号および4,352,916号は、疎水性物質における長鎖アルキル基で置換することによって改質された、疎水性に改質されたセ

ルロースエーテル誘導体を記載している。米国特許第4, 845, 207号は、疎水性に改質された非イオン水溶性セルロースエーテルを開示し、米国特許第4, 939, 192号は、組成物製造におけるそのようなエーテルの使用を開示している。

【0003】

先行技術のセルロースエーテルのあるものは、塩類との乏しい相溶性、もしくは洗浄、衛生化、磨き、殺虫およびトイレット配合物用途などに使用される多価アルコール類などのある溶媒との乏しい溶解性を有し、一方他のものはアルカリ性もしくは酸性条件に耐性がない。したがって、塩類との良好な相溶性、ある溶媒における良好な溶解性、酸性もしくはアルカリ性条件に対する耐性を有し、所望なら色の問題のない製品を生み出すセルロースエーテルを有する必要性が、依然として業界で存在する。

発明の要約

本発明は、下記を含む家庭用製品（洗浄、衛生化、磨き、殺虫もしくはトイレット配合物として定義される）組成物に向けられる：

(a) 水溶性多糖ポリマー主鎖と疎水性部分とを含む疎水性改質水溶性多糖ポリマーを含むビヒクル系約0.1～約99重量%、ここで該疎水性部分は1) アルキル部分が3～24の炭素原子を有する直鎖もしくは枝分れ鎖である3-アルコキシ-2-ヒドロキシプロピル基、もしくは2) C_3-C_{24} アルキル、アリーラルアルキル、アルキルアリール基およびこれらの混合物よりなる群から選ばれ、かつ前記疎水性部分は、1重量%未満の前記多糖を水に可溶性とする量以下の量で存在する、ならびに

(b) 他の洗浄、衛生化、磨き、殺虫もしくはトイレット配合物製品成分の少なくとも1種。

発明の詳細な説明

疎水性に改質された多糖類が、洗浄、磨き、衛生化、殺虫、トイレットもしくは香料製品において先行技術の水溶性多糖類に対して種々の有利な特性を有することが、驚くべきことに発見された。水溶性多糖もしくは誘導体は、いずれも本発明の疎水性に改質された多糖を形成するための主鎖として使用できる。したが

って、例えば、ヒドロキシエチルセルロース（H E C）、ヒドロキシプロピルセルロース（H P C）、メチルセルロース（M C）、ヒドロキシプロピルメチルセルロース（H P M C）、エチルヒドロキシエチルセルロース（E H E C）およびメチルヒドロキシエチルセルロース（M H E C）、ならびに寒天、デキストラン、イナゴマメガム、でんぷん、グアーおよびそれらの非イオン誘導体が、すべて改質できる。メチル、ヒドロキシエチルもしくはヒドロキシプロピルなどの非イオン置換基の量は、エーテルが水溶性であることを確実にするに十分な量がある限り、決定的ではないようである。本発明の多糖類は、それらが水溶性となるに十分な程度の非イオン置換、および1) アルキル部分が3～24の炭素原子を有する直鎖もしくは枝分れ鎖である3-アルコキシ-2-ヒドロキシプロピル基、もしくは2) C₃-C₂₄アルキル、アリールアルキル、アルキルアリール基およびこれらの混合物よりなる群から選ばれる疎水性部分とを有し、前記疎水性部分は、1重量%未満の前記多糖を水に可溶性とする量以下の量で存在する。疎水性物質がアルキル、アリールアルキルもしくはアルキルアリール部分であるときは、炭素数は3～24、好ましくは3～22、より好ましくは4～18、もっとも好ましくは4～16であり得る。

【0004】

好ましい多糖主鎖は、ヒドロキシエチルセルロース（H E C）である。本発明で機能するよう改質されるH E Cは、市販される材料である。適当な市販材料は、米国デラウェア州ウィルミントンのハーキュリーズインコーポレーテッドの一部門であるAqualon CompanyによりNatrosol（登録商標）という商標名で市場に出ている。

【0005】

アルキル改質剤、陽イオン基、陰イオン基および双性イオン基を、エーテル、エステルもしくはウレタン結合を介して多糖主鎖に付着できる。エーテルは容易に入手可能なので、エーテル化を実施するためにもっとも普通に使用される試薬として好まれる結合である。反応は初期のエーテル化に普通使用されるものと類似しており、反応に使用される試薬は、他の結合を介して改質に使用される試薬よりも、通常もっと容易に取り扱われる。結果として得られる結合も、通常さら

なる反応により抵抗力がある。

【0006】

本発明の多糖の例は、周囲温度で実質的に完全に水に溶解する3-アルコキシ-2-ヒドロキシプロピルヒドロキシエチルセルロースである。

【0007】

疎水性部分は、一般に置換ポリマーの乾量に対して約0.05～約50重量%、好ましくは約0.1～約25重量%の量で含まれる。3-アルコキシ-2-ヒドロキシプロピル基のアルキル基は、3～24の炭素原子を有する直鎖アルキル基もしくは枝分れアルキル基であり得る。典型的な改質基は、プロピル、ブチル、ペンチル、2-エチルヘキシル、オクチル、セチル、オクタデシル、およびドコサポリエノニックグリシジルエーテルである。

【0008】

本発明の疎水性に改質された多糖は、系の基本的成分である。系に存在し得るもう1つの成分は、組成物に可溶性でも不溶性でもよい界面活性剤である。相溶性溶媒も、単一の溶媒でも溶媒のブレンドでも可能な系で使用できる。

【0009】

界面活性剤の例は、陰イオン、非イオン、陽イオン、双性イオンもしくは両性タイプの界面活性剤である。界面活性剤は、本発明では可溶性でも不溶性でもあり得、(使用される場合)組成物の約0.01～約50重量%の量で組成物中に存在する。合成陰イオン界面活性剤には、アルキルおよびアルキルエーテルスルフェートが含まれる。

【0010】

本発明に使用できるアルキルエーテルスルフェートの具体例は、ナトリウムヤシアルキルトリメチレングリコールエーテルスルフェート；ナトリウム牛脂アルキルトリメチレングリコールエーテルスルフェート；およびナトリウム牛脂アルキルヘキサオキシエチレンスルフェート；ナトリウム牛脂アルキルジエチレングリコールエーテルスルフェート；およびナトリウム牛脂アルキルスルフェートである。

【0011】

非イオン界面活性剤は、疎水性部分および非イオン親水性部分を含む化合物として広義に定義できる。疎水性部分の例には、アルキル、アルキル芳香族、ジアルキルシロキサン、ポリオキシアルキレンおよびフルオロ置換アルキルが含まれる。親水性部分の例には、ポリオキシアルキレン、ホスフィン酸化物、スルホキシド、アミン酸化物およびアミド類が含まれる。

【0012】

本発明の組成物のビヒクル系に有用な陽イオン界面活性剤は、本発明の水性組成物に溶解されたときに正に帯電されるアミノもしくは第四アンモニウム親水性部分を含む。

【0013】

双性イオン界面活性剤は、脂肪族基が直鎖もしくは枝分れ鎖であり得、脂肪族置換基の1つが約8～約18の炭素原子を含み、1つが陰イオン水溶解基、例えば、カルボキシ、スルホネート、スルフェート、ホスフェートもしくはホスホネートを含む、脂肪族第四アンモニウム、ホスホニウムおよびスルホニウム化合物の誘導体として幅広く記述できるものが例示される。

【0014】

本発明の組成物のビヒクル系に使用できる両性界面活性剤の例は、脂肪族基が直鎖もしくは枝分れ鎖であり得、脂肪族置換基の1つが約8～約18の炭素原子を含み、1つが陰イオン水可溶化基、例えば、カルボキシ、スルホネート、スルフェート、ホスフェートもしくはホスホネートを含む、脂肪族第二および第三アミンの誘導体として幅広く記述されるものである。

【0015】

本発明によれば、系に使用される溶媒は、本組成物の他の成分と相溶性でなければならない。本発明に使用される溶媒の例は、水、水-低級アルカノール混合物、および3～6の炭素原子と2～6ヒドロキシ基とを有する多価アルコールである。好ましい溶媒は、水、プロピレングリコール、水-グリセリン、ソルビトール-水、および水-エタノールである。本発明における溶媒は（使用される場合）、組成物の0.1～99重量%の量で組成物中に存在する。

【0016】

活性成分は、溶解ポリマーが活性成分であり得るので、任意である。この例は、繊維サイジングスプレーにおけるポリマーの使用である。しかし、活性成分が必要なときは、それは使用者に利点を与えなければならない。本発明により適当に含まれ得る界面活性剤の例は、下記のものである：

1) 芳香剤の形で嗅覚的反応を与える香料、および芳香反応を与えるのに加えて、臭気を減らすこともできる消臭香料；

2) 機能が虫を特定の領域もしくは皮膚を襲うことから守ることである、防虫剤；

3) 泡もしくは石鹸泡を発生させる界面活性剤などの泡発生剤；

4) ペットの臭いを減らすピレトリンなどのペット脱臭剤；

5) 機能が皮膚および毛の表面からごみ、異物および細菌を除去することである、ペットシャンプー活動分子；

6) 皮膚から細菌、ごみ、油脂を除去し、皮膚を敏感にする企業用固形および液体石鹸活性分子；

7) 台所、浴室、公共施設などの領域における表面からごみ、油、脂、細菌を除去する万能洗浄剤；

8) 家もしくは公共施設において細菌を駆除もしくは成長を予防する消毒成分；

9) 表面からごみおよび異物を除去し、かつ柔軟および芳香をもたらす敷物および室内装飾品洗浄活性分子；

10) 静電気を減らし、繊維物を柔らかい手触りにする洗濯用柔軟剤活性分子；

11) ごみ、油、脂、染みを除去し、細菌を殺す洗濯用洗剤成分；

12) 染み、食物、細菌を除去する皿洗い洗剤活性分子；

13) 染みを除去し、細菌を殺し、脱臭する便器洗浄剤；

14) 衣服から染みを除去するのを助ける洗濯用予備染み抜き剤活性分子；

15) 繊維物の外観を高める繊維サイジング剤；

16) 車両および設備からごみ、脂などを除去する車両洗浄活性分子；

17) 部品間の摩擦を減らす潤滑剤。

【0017】

上記リストは例にすぎず、使用できる活性成分の完全なリストではない。これらのタイプの製品に使用される他の成分は、業界では周知である。通常使用される上記成分の他に、本発明による組成物は、着色剤、防腐剤、酸化防止剤、活性強化剤、乳化剤、増粘剤（塩類など、すなわち、NaCl、NH₄ClおよびKCl）、アルコール、および油脂などの成分も任意に含むことができる。

【0018】

本発明のビヒクル系および組成物は、従来の処方および混合技術を用いて作ることができる。種々のタイプの組成物を作る方法は、下記実施例により具体的に記載される。下記実施例は、単に説明の目的で記載されたものであり、業界の技術者の技術内における本発明の他の改質が、本発明の精神および範囲から逸脱することなしでなされ得ることは、理解すべきである。

定義

“A”は、本発明のポリマー、HMHEC1、HMHEC2、HMHEC3、HMHEC4、Natrosol（登録商標）Plus330CS、Natrosol（登録商標）Plus430CSおよびAQUAD3441などの疎水性に改質された多糖のテストデータを意味する。

【0019】

“B”は、本発明に包含されない他の多糖のテストデータを意味する。

粘度：全粘度測定は、B型粘度計を用いて2分間のスピンドル回転後、25℃で実施される。Brookfield Viscometer Companyから入手可能な超低粘度スピンドル（UL）組立が、非常に低い粘度の溶液に使用された。

【0020】

ゲル強度：全試料を、ゲル強度を測定するに先立って、約25℃にされた。ゲル強度を、Volland LFRA Texture Analyzer Unitを用いて測定した。0.5インチ（1.11mm）直径プローブを用いた。プローブをゲル内に、2mm/秒の速度で下げた。3回測定し、平均を報告した。高ゲル強度を有する製品を良好な製品とみなす。長期間の貯蔵でより一貫したゲル強度を有する製品も、良好な製品とみなす。

【0021】

離液：これは、テスト試料の表面上の液体と定義される。低離液の製品を、良好な製品とみなす。

【0022】

冷凍／解凍サイクル：各冷凍／解凍サイクルについて、試料を－5℃で24時間冷蔵庫内に保存し、ついで粘度、離液、ゲル強度などを測定する前に、約25℃で24時間保存した。

【0023】

たるみテスト：たるみテストは40℃で実施された。試料をフリースタンディング（サポートせず）で密封ジャー内で貯蔵し、試料高さの％変化を、初期試料高さに照らして経時的に評価した。％たるみ値が高いほど、性能が劣る。

【0024】

【表1】

実施例 1 A化粧石鹸処方X 3 2 4 1 5 - 5 8 A

	成分	登録商標	重量%
A	水		65.70
B	改質ヒドロキシエチルセルロース	Natrosol (登録商標) Plus 330*	0.75
C	ヒドロキシエチルセルロース	Natrosol (登録商標) 250HR**	0.25
D	メチルパラベン	Methylparasept	0.10
E	ナトリウムC14-C16オレフィンスルホネート	Bio Terge As-40	20.00
F	ナトリウムラウロイルサルコシネート	Hamosyl L-30	10.00
G	コカミドモノエタノールアミン	Monamid CMA	3.00
H	ジナトリウムEDTA		0.20
合計			100.00

* このポリマーは、非イオンで、ヒドロキシエチルおよび長鎖（すなわち、C₁₆）アルキル基を含み、1%25℃で150～750cpsのブルックフィールド粘度を有する疎水性に改質されたヒドロキシエチルセルロースである

** この製品は、非イオンで、1%25℃で1500～2500のブルックフィールド粘度を有するヒドロキシエチルセルロースである

【0025】

手順

1. 改質されたヒドロキシエチルセルロースおよびヒドロキシエチルセルロース製品を水に分散し、ポリマー混合物を溶解して溶液を形成するために45分間攪拌しながら、pHを約8.0～8.5に上げた。ついで、メチルパラベンをこの溶液に添加した。
2. 別の容器で、界面活性剤（成分E、FおよびG）を化合させ、80℃に加熱し、均質になるまで混合した。
3. ついで、界面活性剤溶液を水溶性ポリマー溶液に添加し、よく配合されるまで混合した。
4. ジナトリウムEDTAを配合溶液に添加し、約15分間混合し、ついで室温

まで冷却した。

【0026】

比較実施例1B

化粧石鹸処方

X32415-58B

ナトリウムカルボキシメチルセルロース、Aqualon CELLULOSE GUM (CELLULOSE GUM 7M:これは陰イオンナトリウムカルボキシメチルセルロースである。これは0.65~0.90のカルボキシメチル置換を有し、2.0%25℃で400~800cpsのブルックフィールド粘度を有する) Type 7Mを、上記処方のNatrosol Plus (登録商標) 330の代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0027】

【表2】

実施例1ー化粧石鹸 テストデータ

室温

X32415-58A Natrosol Plus 330

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	7.58	2	12	615.0	淡黄色、非常にわずかな曇り
1週間	7.45	2	12	537.5	淡黄色、非常にわずかな曇り
4週間	7.54	2	12	497.5	淡黄色、非常にわずかな曇り
8週間	7.21	2	12	470.0	わずかな曇り、淡黄色、分離なし
12週間	7.62	2	12	410.0	わずかな曇り、淡黄色、分離なし

X32415-58B CMC 7M

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	7.49	1	12	35.0	頭部の20%は透明、淡黄色 底部の80%は激しく混濁、淡黄色
1週間	7.42	1	12	26.0	頭部の50%は透明、淡黄色 底部の50%は激しく混濁、淡黄色
4週間	7.50	1	12	136.0	頭部の20%は透明、淡黄色 底部の80%は激しく混濁、淡黄色
8週間	7.40	1	12	95.0	頭部の70%は透明、淡黄色 底部の30%は激しく混濁、淡黄色
12週間	未実施	1	12	未実施	頭部の70%は透明、淡黄色 底部の30%は白い沈殿物

【0028】

【表3】

実施例1ー化粧石鹸テストデータ

40°C 炉

X32415-58A Netrosol Plus 330

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	7.39	2	12	447.5	淡黄色、非常にわずかな曇り
4週間	7.34	2	12	285.0	淡黄色、非常にわずかな曇り
8週間	7.21	2	12	187.5	透明、淡黄色、分離なし
12週間	7.62	2	12	112.0	わずかな曇り、淡黄色、分離なし

X32415-58B CMC 7M

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	7.50	1	12	56.5	頭部の20%は透明、淡黄色 底部の80%は激しく混濁、淡黄色
4週間	7.63	1	12	33.5	頭部の20%は透明、淡黄色 底部の80%は激しく混濁、淡黄色
8週間	7.40	1	12	32.0	頭部の70%は透明、淡黄色 底部の30%は激しく混濁、淡黄色
12週間	未実施	1	12	未実施	頭部の70%は透明、淡黄色 底部の30%は白い沈殿物

【0029】

【表4】

実施例1—化粧石鹸テストデータ

5°C冷蔵庫

X32415-58A Netrosol Plus 330

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間	7.54	2	12	497.5	淡黄色、非常にわずかな曇り
4週間	7.51	2	12	562.5	淡黄色、非常にわずかな曇り
8週間	7.22	2	12	577.5	透明、淡黄色、分離なし
12週間	7.73	2	12	550.0	わずかな曇り、淡黄色、分離なし

X32415-58B CMC 7M

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間	7.43	1	12	26.5	頭部の20%は透明、淡黄色 底部の80%は激しく混濁、淡黄色
4週間	7.51	1	12	57.5	頭部の20%は透明、淡黄色 底部の80%は激しく混濁、淡黄色
8週間	7.34	1	12	30.5	頭部の70%は透明、淡黄色 底部の30%は激しく混濁、淡黄色
12週間	未実施	1	12	未実施	頭部の70%は透明、淡黄色 底部の30%は白い沈殿物

【0030】

【表5】

実施例1—化粧石鹸テストデータ

冷凍/解凍

X32415-58A Natrosol Plus 330

	pH	スピンダル	RPM	粘度	コメント
1サイクル					未実施
2サイクル					未実施
3サイクル					未実施
4サイクル					未実施
5サイクル					未実施

X32415-58B CMC 7M

	pH	スピンダル	RPM	粘度	コメント
1サイクル					未実施
2サイクル					未実施
3サイクル					未実施
4サイクル					未実施
5サイクル					未実施

【0031】

本発明のNatrosol（登録商標）Plus 330で調製した化粧石鹸配合物“A”は、室温（約25℃）で12週間安定している。さらに、それはCMC 7Mで調製した配合物“B”よりも顕著に高い粘度を与えた。配合物“A”は、40℃および5℃で相分離を示さなかった。配合物“B”は、3つの全温度条件で相分離を示した。

【0032】

【表6】

実施例1Aおよび1B

化粧石鹸処方

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
ナトリウムC14-C16オレフィンスルホネート	Bio-Terge AS-40	Stepan Chemical Company (イリノイ州ノースフィールド)
ナトリウムラウロイルサルコシネート	Hamposyl L-30	W. R. Grace & Company (ニューハンプシャー州ナシュア)
コカミドMEA	Monamid CMA	Mona Industries Inc. (ニュージャージー州バタソン)
ヒドロキシエチルセルロースインコーポレーティッド	Natrosol (登録商標) 250HR	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
改質ヒドロキシエチルセルロース	Natrosol (登録商標) Plus 330	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ナトリウムカルボキシメチルセルロース	Aqualon CELLULOSE GUM Type 7M	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
メチルパラベン	Methylparasept	Kalama Chemicals, Inc. (ワシントン州シアトル)

【0033】

【表7】

実施例 2 A空気清新剤配合物－熟工程X 3 2 4 1 5－4 9 A

	成分	登録商標	重量%
A	水		93.00
B	カラギナン	Genu (登録商標) Carrageenan Type CHP-1**	2.00
C	イナゴマメガム	LBG 99FL 50-50	0.25
D	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC1*	0.75
E	プロピレングリコール		2.00
F	防腐剤	Germaben II	1.00
G	香料	FFS "Wildflower"	1.00
合計			100.0

* この化合物は、B型LVTD粘度計で測定して、1%25℃で最低2500 cpsの水性粘度と、約72～78℃の曇り点とを有し、グリオキサールで処理された3-ブトキシ-2-ヒドロキシプロピルヒドロキシエチルセルロースである

** CHP-1：糖もしくは塩で規格化されていないKappaカラギナン

【0034】

手順

水(A)を、攪拌しながら約90℃に加熱した。ポリマーB、CおよびDを予備混合し、混合しながら水の渦に添加し、ついで溶解するまで10分間混合した。ついで、溶液を攪拌しながら70℃に冷却した。次に、プロピレングリコール、Germaben IIおよび香料を予備混合し、混合しながら溶液に添加した。溶液を5分間混合し、ついで容器に詰めるために移して、室温まで冷却した。

【0035】

比較実施例 2 B空気清新剤配合物－熟工程X 3 2 4 1 5－4 9 B

ヒドロキシエチルセルロース、Natrosol (登録商標) 250HRを、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続い

た。

【0036】

【表8】

実施例2 空気清新剤—熱工程テストデータ

室温

X32415-49A HMHEC-1

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1日	143	湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—
1週間	154	湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—
4週間	158	ごくわずかに湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—
8週間	155	濡れた	無	無	黄/白	不透明	—	—
12週間	155	濡れた	無	無	黄/白	不透明	—	—

X32415-49B Netrosol 250HR

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1日	135	湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—
1週間	145	湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—
4週間	147	湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—
8週間	150	濡れた	無	無	黄/白	不透明	—	—
12週間	145	濡れた	無	無	黄/白	不透明	—	—

【0037】

【表9】

実施例2 空気清新剤-熱工程テストデータ

40℃炉

X32415-49A HMHEC-1

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1週間	166	湿った	無	無	黄/白	不透明	0%	無
4週間	159	ごくわずかに湿った	無	無	黄/白	不透明	4%	濡れた
8週間	124	濡れた	無	無	黄/白	不透明	0%	3 ml
12週間	121	濡れた	無	無	黄/白	不透明	8%	2 ml

X32415-49B Natrosol 250HR

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1週間	156	湿った	無	無	黄/白	不透明	0%	1 ml
4週間	136	湿った	無	無	黄/白	不透明	4%	2 ml
8週間	117	濡れた	無	無	黄/白	不透明	0%	3 ml
12週間	118	濡れた	無	無	黄/白	不透明	5%	1 ml

【0038】

【表10】

実施例2 空気清新剤-熱工程 テストデータ

5℃冷蔵庫

X32415-49A HMHEC-1

	ゲル 強度	融液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 融液
1週間	161	湿った	無	無	黄/白	不透明	-	-
4週間	141	ごくわずかに 湿った	無	無	黄/白	不透明	-	-
8週間	153	濡れた	無	無	黄/白	不透明	-	-
12週間	155	濡れた	無	無	黄/白	不透明	-	-

X32415-49B Natrosol 250HR

	ゲル 強度	融液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 融液
1週間	149	湿った	無	無	黄/白	不透明	-	-
4週間	146	湿った	無	無	黄/白	不透明	-	-
8週間	152	濡れた	無	無	黄/白	不透明	-	-
12週間	149	濡れた	無	無	黄/白	不透明	-	-

【0039】

【表11】

実施例2 空気清新剤-熱工程 テストデータ

冷凍/解凍

X32415-49A HMHEC-1

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1サイクル	114	湿った	無	無	真黄色	不透明	-	-
2サイクル	109	湿った	無	無	真黄色	不透明		
3サイクル	121	湿った	無	無	真黄色	不透明	-	-
4サイクル	120	湿った	無	無	真黄色	不透明	-	-
5サイクル	127	真に 湿った	無	無	真黄色	不透明	-	-

X32415-49B Natrosol 250HR

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1サイクル	110	湿った	無	無	真黄色	不透明	-	-
2サイクル	105	湿った	無	無	真黄色	不透明		
3サイクル	111	真に 湿った	無	無	真黄色	不透明	-	-
4サイクル	112	湿った	無	無	真黄色	不透明	-	-
5サイクル	107	真に 湿った	無	無	真黄色	不透明	-	-

【0040】

HMHEC1で作った空気清新剤配合物“A”は、3つの全温度条件および5つの冷凍/解凍サイクルで12週間安定していた。非常に低レベルの離液および非常にわずかなたるみが、40℃たるみテストで観察された。

【0041】

【表12】

実施例2Aおよび2B

空気清新剤配合物-熟工程

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
ヒドロキシエチルセルロース	Natrosol (登録商標) 250HR	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
改質ヒドロキシエチルセルロース*	HMHEC1* 0690-30-1	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
カラギナン**	Genu (登録商標) Carrageenan Type CHP-1**	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
イナゴマメガム	99 FL 50-50	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
防腐剤 プロピレングリコール (および) ジアゾリジニル尿素 (および) メチルパラベン (および) プロピルパラベン	Germaben II	Sutton Laboratory (ニューヨーク州チャタム)
香料 "Wildflower"	F&FS #42697	Flavor and Fragrance Specialties (ニュージャージー州フランクリンレイク)

* この化合物は、B型LVTD粘度計で測定して、1%25℃で最低2500 cpsの水性粘度と、約72~78℃の曇り点とを有し、グリオキサールで処理された3-ブトキシ-ヒドロキシプロピルヒドロキシエチルセルロースである

** CHP-1: 糖もしくは塩で規格化されていないKappaカラギナン

【0042】

【表13】

実施例 3空気清新剤配合物—熱工程

	成分	重量%
A	カラギナン	01.13%
B	HMHEC1	00.50%
C	香料(シナモン)	30.00%
D	水	67.12%
E	表面活性剤	00.25%
F	Germa ben II	01.00%
合計		100.00%

* Genugel RLV: 糖で規格化されたカラギナン

** Dowfax 2A1: Dow Chemical 製ベンゼン、1,1-
オキシビス、テトラプロピレン誘導体、スルホン化ナトリウム

【0043】

手順

水を、攪拌しながら約90℃に加熱し、ポリマーAおよびBを水の渦に添加して10分間もしくは溶解するまで混合し、ついで攪拌し続けながら80℃に冷却した。次に、防腐剤Germa ben IIおよび界面活性剤を添加し、5分間混合した。香料を添加して5分間混合し、熱混合物を多孔質泡基体に注入し、室温に冷却し、非透過性ラップに密封した。

【0044】

【表14】

実施例3空気清新剤配合物一熟工程

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
カラギナン	Genu (登録商標) ゲルRLV	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC1	ハーキュリーズインコーポレーティッド
ベンゼン、1, 1-オキシビス、テトラプロピレン誘導体、スルホン化ナトリウム	Dowfax 2A1	Dow Chemicals
防腐剤 プロピレングリコール (および) ジアソリジニル尿素 (および) メチルパラベン (および) プロピルパラベン	Germaben II	Sutton Laboratory (ニューヨーク州チャタム)
香料 "Cinnamon"		Flavor and Fragrance Specialties (ニュージャージー州フランクリンレイク)

【0045】

【表15】

実施例4A空気清新剤配合物—熱工程X32415-54A

	成分	登録商標	重量%
A	水		96.50
B	寒天	Genu (登録商標) Agar 900-A1	1.00
C	でんぷん	Thermflo	0.25
D	改質ヒドロキシエチルセルロース	Natrosol (登録商標) Plus 430*	0.25
E	防腐剤	Germaben II	1.00
F	香料	FFS "Wildflower"	1.00
合計			100.00

* Natrosol (登録商標) Plus 430は、非イオンで、疎水性に改質されたヒドロキシエチルセルロースである；長鎖 (C_{16}) アルキル基を有する；1%での水性粘度は、スピンドル3、6rpmのB型粘度計で5000～9000cpsである

【0046】

手順

水 (A) を、攪拌しながら約90℃に加熱し、ポリマーB、CおよびDを水の渦に添加し、10分間もしくは溶解するまで混合した。次に、溶液を攪拌しながら70℃に冷却した。防腐剤を添加し、5分間混合した。香料を添加して5分間混合し、混合物を容器に詰めるために移して、室温まで冷却した。

【0047】

比較実施例4B空気清新剤配合物—熱工程X32415-54B

ナトリウムカルボキシメチルセルロース、Aqualon CELLULOSE GUM (CELLULOSE GUM 7H: 陰イオンカルボキシメチルセルロースである。0.65～0.90のカルボキシメチル置換と、1.0%25℃で1500～3000cpsのブルックフィールド粘度とを有する) Type 7Hを、上記処方のNatrosol (登録商標) Plus 330の代わりに

用いた。同じ手順が続いた。

【0048】

【表16】

実施例4 空気清新剤－熱工程テストデータ

室温

X32415-54A Natrosol Plus 430

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1日	89	無	無	無	黄/白	不透明	—	—	
1週間	93	真に 湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—	
4週間	89	無	無	無	灰色/白	やや 半透明	—	—	
8週間	82	無	無	無	灰色/白	やや 半透明	—	—	
12週間	86	湿った	無	無	ごく淡黄 色-gm	半透明	—	—	

X32415-54B CMC 7H

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1日	108	湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—	
1週間	108	濡れた	無	無	黄/白	不透明	—	—	
4週間	96	やや 湿った	無	無	灰色/白	やや 半透明	—	—	
8週間	99	無	無	無	灰色/白	やや 半透明	—	—	
12週間	100	乾燥	無	無	ごく淡黄 色-gm	半透明	—	—	

【0049】

【表17】

実施例4 空気清新剤-熱工程テストデータ

40℃炉

X32415-54A Natrosol Plus 430

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1週間	106	真に液 状	無	無	黄/白	不透明	10%	12 ml	
4週間	92	やや 湿った	無	無	灰色/白	やや 半透明	14%	16 ml	
8週間	100	湿った	無	無	灰色/白	やや 半透明	13%	20 ml	
12週間	102	濡れた	無	無	ごく淡黄 色-gm	半透明	13%	15 ml	

X32415-54B CMC 7H

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1週間	103	0.1ml	無	無	黄/白	不透明	6%	12 ml	
4週間	95	湿った	無	無	黄/白	不透明	14%	16 ml	
8週間	99	1.0ml	無	無	黄/白	不透明	16%	20 ml	
12週間	103	乾燥	無	無	ごく淡黄 色-gm	半透明	22%	16 ml	

【0050】

【表18】

実施例4 空気清新剤-熱工程テストデータ5°C冷蔵庫X32415-54A Natrosol Plus 430

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40°C たるみ	40°C 離液	コメント
1週間	106	真に 液状	無	無	黄/白	不透明	—	—	
4週間	97	やや 湿った	無	無	灰色/白	やや 半透明	—	—	
8週間	98	やや 湿った	無	無	灰色/白	やや 半透明	—	—	
12週間	101	0.2ml	無	無	ごく淡黄 色-gm	半透明	—	—	

X32415-54B CMC 7H

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40°C たるみ	40°C 離液	コメント
1週間	113	湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—	
4週間	111	湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—	
8週間	103	無	無	無	黄/白	不透明	—	—	
12週間	102	乾燥	無	無	ごく淡黄 色-gm	半透明	—	—	

【0051】

【表19】

実施例4 空気清新剤-熱工程テストデータ

冷凍/解凍

X32415-54A Natrosol Plus 430

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1サイクル	13	激18ml	無	かなり	黄/白	やや 半透明	—	—	
2サイクル	12	激20ml	無	かなり	黄/白	やや 半透明	—	—	
3サイクル	同上	激15ml	同上	同上	黄/白	やや 半透明	—	—	スラッシュに変化
4サイクル	同上	同上	同上	同上	同上	同上	—	—	全部スラッシュ
5サイクル	同上	同上	同上	同上	同上	同上	—	—	全部スラッシュ

X32415-54B CMC 7H

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1サイクル	18	5 ml	無	無	黄/白	やや 半透明	—	—	
2サイクル	14	5 ml	無	無	黄/白	やや 半透明	—	—	
3サイクル	同上	同上	同上	同上	同上	同上	—	—	トップがくずれる
4サイクル	同上	同上	同上	同上	同上	同上	—	—	スラッシュに変化
5サイクル	同上	同上	同上	同上	同上	同上	—	—	トップ1/2=スラッシュ 底1/2=ソフトゲル

【0052】

Natrosol（登録商標）Plus 430で調製した空気清新剤配合物“A”は、室温、40℃および5℃で安定していた。たるみテストでは、それはCMC 7Hで調製した配合物“B”よりもやや良好だった。どちらのシャンプーも乏しい冷凍/解凍安定性を示した。

【0053】

【表20】

実施例4Aおよび4B
空气清新剂配合物—熟工程
 使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース*	Natrosol (登録商標) Plus 430*	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ナトリウムカルボキシメチルセルロース	Aqualon CELLULOSE GUM	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
寒天	Type 7H Agar	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
でんぷん	Thermflo	National Starch & Corp. (ニュージャージー州ブリッジウォーター)
防腐剤 プロピレングリコール (および) ジアゾリジニル尿素 (および) メチルパラベン (および) プロピルパラベン	Germaben II	Sutton Laboratory (ニューヨーク州チャタム)
香料 "Wildflower"	F&FS #42697	Flavor and Fragrance Specialties (ニュージャージー州フランクリンレイク)

* Natrosol (登録商標) Plus 430は、非イオンで、疎水性に改質されたヒドロキシエチルセルロースである；長鎖 (C_{16}) アルキル基を有する；1%での水性粘度は、スピンドル3.6rpmのB型粘度計で5000～9000cpsである

【0054】

【表21】

実施例5A

空気清新剤配合物—冷工程

X32415-43A

	成分	商標名	重量%
フェーズI			
A	水		89.93
B	DASC (ジヒドロキシアルミニウム炭酸ナトリウム)		0.30
C	ソルビン酸カリウム		0.12
フェーズII			
D	ナトリウムカルボキシメチルセルロース	CMC Type 7MT**	3.00
E	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC2*	0.25
F	フマル酸		1.00
G	プロピレングリコール		5.00
フェーズIII			
H	香料	FFS "Wildflower"	1.00
合計			100.00

* HMHEC2は、B型LVTD粘度計で測定して、1%25℃で最低2000cpsの水溶性粘度と、グリオキサール処理なしで約62~68℃の曇り点とを有する3-ブトキシ-2-ヒドロキシプロピルヒドロキシエチルセルロースである

** CMC 7MT:0.65~0.90度のカルボキシメチル置換と、25℃で300~600cpsの2%水溶性粘度とを有するナトリウムカルボキシメチルセルロース

【0055】

手順

DASCおよびソルビン酸カリウムを、攪拌しながら容器中の水の渦に添加した。別の容器で、フェーズIIの成分(CMC、HMHEC2およびフマル酸)を予備配合し、ついでプロピレングリコールを予備ブレンドにスラリー化した。スラリーを直ちにフェーズIの分散液に添加し、15分間混合した。次に、香料、フェーズIIIを添加し、5分間もしくはよく分散されるまで混合し、配合物を容器に装填して蓋をした。

【0056】

比較実施例5B空気清新剤配合物－冷工程X32415-43B

ヒドロキシエチルセルロース、Natrosol 250HRを、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0057】

【表22】

実施例5 空気清新剤－冷工程 テストデータ

室温

X32415-43A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1日	14	無	無	無	真黄色	不透明	—	—
1週間	15	無	無	無	真黄色	不透明	—	—
4週間	19	無	無	無	真黄色	不透明	—	—
8週間	15	無	無	無	黄/白	不透明	—	—
12週間	15	無	無	無	黄/白	不透明	—	—

X32415-43B Netrosol 250HR

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1日	14	無	無	無	真黄色	不透明	—	—
1週間	15	無	無	無	真黄色	不透明	—	—
4週間	19	無	無	無	真黄色	不透明	—	—
8週間	15	無	無	無	黄/白	不透明	—	—
12週間	14	無	無	無	黄/白	不透明	—	—

【0058】

【表23】

実施例5 空気清新剤—冷工程 テストデータ

40°C 矩

X32415-43A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40°C たるみ	40°C 離液
1週間	14	無	無	無	真黄色	不透明	6%	無
4週間	17	無	無	無	真黄色	不透明	13%	無
8週間	13	両側が 滲れた	無	無	黄/白	不透明	16%	無
12週間	12	両側が 滲れた	無	無	黄/白	不透明	23%	無

X32415-43B Natrosol 250HR

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40°C たるみ	40°C 離液
1週間	14	無	無	無	真黄色	不透明	16%	無
4週間	17	無	無	無	真黄色	不透明	16%	無
8週間	12	両側が 滲れた	無	無	黄/白	不透明	28%	無
12週間	12	両側が 滲れた	無	無	黄/白	不透明	36%	無

【0059】

【表24】

実施例5 空気清新剤—冷工程 テストデータ

5℃冷蔵庫

X32415-43A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1週間	15	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
4週間	19	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
8週間	16	無	無	無	黄/白	不透明	-	-
12週間	16	無	無	無	黄/白	不透明	-	-

X32415-43B Natrosol 250HR

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1週間	15	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
4週間	19	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
8週間	16	無	無	無	黄/白	不透明	-	-
12週間	17	無	無	無	黄/白	不透明	-	-

【0060】

【表25】

実施例5 空気清新剤—冷工程 テストデータ

冷凍/解凍

X32415-43A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1サイクル	22	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
2サイクル	26	無	無	無	真黄色	不透明		
3サイクル	23	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
4サイクル	21	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
5サイクル	21	無	無	無	真黄色	不透明	-	-

X32415-43B Natrosol 250HR

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1サイクル	17	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
2サイクル	18	無	無	無	真黄色	不透明		
3サイクル	19	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
4サイクル	18	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
5サイクル	18	無	無	無	真黄色	不透明	-	-

【0061】

HMHEC 2で調製した空気清新剤配合物“A”は、Natrosol（登録商標）250HRで調製した配合物“B”と比較して、12週間の研究で、40℃での改善されたたるみ抵抗および冷凍/解凍研究における改善されたゲル強度を与える。

【0062】

【表26】

実施例5Aおよび5B
空気清新剤配合物—熟工程
 使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース*	HMHEC* 0690-30-2	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ヒドロキシエチルセルロース	Natrosol 250 HR	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ナトリウムカルボキシメチルセルロース	Aqualon CMC 7MT**	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
香料	"Wildflower"	Flavor and Fragrance Specialties (ニュージャージー州フランクリンレイク)
ジヒドロキシアルミニウム炭酸ナトリウム	DASC	Chattem Chem. Co. (テネシー州チャッタヌーガ)
フマル酸	フマル酸、 微細、粒状	Haarmann & Reimer Corp. (インディアナ州エルクハート)

* HMHEC 2は、B型LVTD粘度計で測定して、1%25℃で最低2000 cpsの水性粘度と、グリオキサール処理なしで約62~68℃の曇り点とを有する3-ブトキシ-2-ヒドロキシプロピルヒドロキシエチルセルロースである

** CMC 7MT: 0.65~0.90度のカルボキシメチル置換と、25℃で300~600 cpsの2%水性粘度とを有するナトリウムカルボキシメチルセルロース

【0063】

【表27】

実施例6A

空気清新剤配合物—冷工程

X32415-45A

	成分	商標名	重量%
フェーズI			
A	水		74.96
B	プロピレングリコール		0.80
C	防腐剤	Germaben II	0.80
D	香料	FFS "Wildflower"	0.80
E	ナトリウムカルボキシメチルセルロース	CELLULOSE GUM, 7M*	2.48
F	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC2	0.16
計			80.00
フェーズII			
G	水		19.50
H	酢酸アルミニウム、塩基性		0.50
合計			100.00

* CMC 7M: 0.65~0.90度のカルボキシメチル置換と、25℃で400~800cpsの2%水性粘度とを有するナトリウムカルボキシメチルセルロース

【0064】

手順

フェーズI: プロピレングリコール、防腐剤および香料を予備混合し、ついで水(A)の渦に添加し、5分間混合した。ポリマーEおよびFを予備混合し、フェーズI混合物の渦に添加し、20分間もしくは溶解するまで混合した。

【0065】

フェーズII: 別の容器で、酢酸アルミニウムを水(G)に添加し、よく混合して分散させた。フェーズIIをフェーズIに混合しながら添加し、5分間混合した。生成物を容器に注入し、放置して架橋させた。

【0066】

ゲル強度は、フェーズIおよび/またはフェーズIIの濃度を増加させることにより増加させることができる。

【0067】

比較実施例 6 B空気清新剤配合物－冷工程X32415-45B

グアーガム、Supercol U (Supercol (登録商標) Uは、25℃20rpmで、約5100cpsのブルックフィールド粘度の1.0%水性粘度を有する非イオングアーである) を、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0068】

【表28】

実施例6 空気清新剤－冷工程 テストデータ室温X32415-45A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1日	56	無	無	無	黄/白	不透明	—	—
1週間	90	無	無	無	黄/白	不透明	—	—
4週間	95	湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—
8週間	93	湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—
12週間	95	真に 湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—

X32415-45B Spercol U

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1日	58	無	無	無	黄/白	不透明	—	—
1週間	103	無	無	無	黄/白	不透明	—	—
4週間	105	無	無	無	黄/白	不透明	—	—
8週間	103	やや 湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—
12週間	107	真に 湿った	無	無	黄/白	不透明	—	—

【0069】

【表29】

実施例6 空気清新剤—冷工程 テストデータ

40°C 貯

X32415-45A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40°C たるみ	40°C 離液
1週間	75	やや 湿った	無	無	黄/白	不透明	6%	無
4週間	70	湿った	無	無	黄/白	不透明	4%	無
8週間	68	湿った	無	無	黄/白	不透明	4%	無
12週間	64	湿った	無	無	黄/白	不透明	8%	2 ml

X32415-45B Spercol U

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40°C たるみ	40°C 離液
1週間	82	無	無	無	黄/白	不透明	4%	無
4週間	80	無	無	無	黄/白	不透明	5%	無
8週間	75	やや 湿った	無	無	黄/白	不透明	0%	無
12週間	72	濡れた	無	無	黄/白	不透明	9%	2 ml

【0070】

【表30】

実施例6 空気清新剤—冷工程 テストデータ

5℃冷蔵庫

X32415-45A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1週間	100	無	無	無	黄/白	不透明	-	-
NA	109	湿った	無	無	黄/白	不透明	-	-
8週間	116	湿った	無	無	黄/白	不透明	-	-
12週間	118	湿った	無	無	黄/白	不透明	-	-

X32415-45B Spercol U

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1週間	102	無	無	無	黄/白	不透明	-	-
4週間	114	乾燥	無	無	黄/白	不透明	-	-
8週間	124	やや 湿った	無	無	黄/白	不透明	-	-
12週間	122	真に 湿った	無	無	黄/白	不透明	-	-

【0071】

【表31】

実施例6 空気清新剤—冷工程 テストデータ

冷凍/解凍

X32415-45A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1サイクル	120	無	無	わずか	真黄色	不透明	-	-
2サイクル	116	無	無	わずか	真黄色	不透明		
3サイクル	122	無	無	わずか	真黄色	不透明	-	-
4サイクル	123	無	無	わずか	真黄色	不透明	-	-
5サイクル	129	無	無	わずか	真黄色	不透明	-	-

X32415-45B Spercol U

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液
1サイクル	91	無	無	無	真黄色	不透明	-	-
2サイクル	99	無	無	無	淡黄色	半透明	-	-
3サイクル	103	無	無	無	淡黄色	半透明	-	-
4サイクル	103	無	無	無	淡黄色	半透明	-	-
5サイクル	103	無	無	無	淡黄色	半透明	-	-

【0072】

HMHEC 2で調製した配合物“A”で作った空気清新剤試料は、3つの全温度条件および5つの冷凍/解凍サイクルで安定していた。Spercol（登録商標）Uで調製した配合物“B”は、およそ同じ性能を示した。

【0073】

【表32】

実施例6Aおよび6B空気清新剤配合物—熱工程

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース*	HMHEC	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ナトリウムカルボキシメチルセルロース	Aqualon CELLULOSE G UM Type 7M	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
グアーガム	Supercol (登録 商標) U	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
香料 “Wildflower”	F&FS #42697	Flavor and Fragrance S pecialties (ニュージャージー州フランクリンレイク)
酢酸アルミニウム 塩基性 純	Product #289 82-5	Aldrich Che mical Co. (ウ ィスコンシン州ミルウォーキー)
防腐剤 プロピレングリコール (および) ジアゾリジニ ル尿素 (および) メチル パラベン (および) プロ ピルパラベン	Germaben II	Sutton Labo ratory (ニューヨ ーク州チャタム)

【0074】

【表33】

実施例 7 A防虫剤－熱工程ゲル配合物X 3 2 4 1 5－6 4 A

	成分	商標名	重量%
A	水		92.75
B	カラギナン	Genu（登録商標） Carrageenan Type CHP-1	2.00
C	ナトリウムカルボキシメチルセルロース	CMC 7LT*	0.50
D	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC2	0.75
E	プロピレングリコール		2.00
F	防腐剤	Germaben II	1.00
G	防虫剤	F&FS#32946	1.00
合計			100.00

* CMC 7LT：0.65～0.90度のカルボキシメチル置換と、25℃で25～50cpsの2%水性粘度とを有するナトリウムカルボキシメチルセルロース

【0075】

手順

水（A）を、攪拌しながら約90℃に加熱した。ポリマーB、CおよびDを予備混合して攪拌しながら水の渦に添加し、10分間もしくは溶解するまで混合した。ついで、混合物を混合しながら70℃に冷却した。次にプロピレングリコールを添加し、5分間混合した。防腐剤を添加し、5分間混合した。ついで防虫剤を添加して5分間混合した。ついでこの配合物を容器に詰めるために移して、室温まで冷却した。

【0076】

比較実施例 7 B防虫剤－熱工程ゲル配合物X 3 2 4 1 5－6 4 B

ヒドロキシプロピルセルロース、Klucel（登録商標）H（Klucel H：非イオンヒドロキシプロピルセルロースである。25℃30rpmで150

0～2500cpsの1.0%水性ブルックフィールド粘度を有する)を、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0077】

【表34】

実施例7 防虫ゲル-熱工程テストデータ

室温

X32415-64A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1日	174	乾燥	無	無	白	不透明	—	—	
1週間	173	湿った	無	無	白	不透明	—	—	
4週間	174	湿った	無	無	オフホワイト	不透明	—	—	
8週間	167	濡れた	無	無	オフホワイト	不透明	—	—	
12週間	184	濡れた	無	無	白	不透明	—	—	

X32415-64B Klucel H

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1日	147	真に 濡れた	無	無	白	不透明	—	—	全体に懸濁
1週間	148	湿った	無	無	白	不透明	—	—	同上
4週間	146	湿った	無	無	白	不透明	—	—	同上
8週間	160	湿った	無	無	白	不透明	—	—	同上
12週間	178	湿った	無	無	白	不透明	—	—	同上

【0078】

【表35】

実施例7 防虫ゲル—熱工程テストデータ40℃炉X32415-64A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1週間	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施
4週間	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上
8週間	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上
12週間	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上

X32415-64B Klucel H

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1週間	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	未実施	
4週間	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	
8週間	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	
12週間	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	

【0079】

【表36】

実施例7 防虫ゲル—熱工程テストデータ

5℃冷蔵庫

X32415-64A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1週間	156	湿った	無	無	白	不透明	—	—	
4週間	145	湿った	無	無	白	不透明	—	—	
8週間	154	濡れた	無	無	白	不透明	—	—	
12週間	181	湿った	無	無	白	不透明	—	—	

X32415-64B Klucel H

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1週間	157	0.1ml	無	無	白	不透明	—	—	全体に懸濁
4週間	132	湿った	無	無	白	不透明	—	—	同上
8週間	106	湿った	無	無	白	不透明	—	—	同上
12週間	146	湿った 粘	無	無	白	不透明	—	—	同上

【0080】

【表37】

実施例7 防虫ゲル—熱工程テストデータ

冷凍/解凍

X32415-64A HMHEC-2

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1サイクル	127	乾燥	無	無	白	不透明	—	—	
2サイクル	128	乾燥	無	無	白	不透明	—	—	
3サイクル	127	乾燥	無	無	白	不透明	—	—	
4サイクル	135	乾燥	無	無	白	不透明	—	—	
5サイクル	134	湿った	無	無	白	不透明	—	—	

X32415-64B Klucel H

	ゲル 強度	離液	脆性	収縮	色	透明度	40℃ たるみ	40℃ 離液	コメント
1サイクル	109	湿った	無	無	白	不透明	—	—	全体に懸濁
2サイクル	125	濡れた	無	無	白	不透明	—	—	同上
3サイクル	130	濡れた	無	無	白	不透明	—	—	同上
4サイクル	128	湿った	無	無	白	不透明	—	—	同上
5サイクル	129	濡れた	無	無	白	不透明	—	—	同上

【0081】

HMHEC 2で調製した防虫剤配合物“A”は、本発明のポリマーが相溶性であることを示す。別の多糖、Klucel（登録商標）で調製した配合物“B”は、不相溶性で、ゲル内で懸濁粒子のままである。これは審美的に望ましくない。配合物“A”は、室温および5℃で改善されたゲル強度も与える。配合物“A”は、冷凍/解凍サイクルに安定していた。

【0082】

【表38】

実施例7Aおよび7B防虫剤-熱工程ゲル配合物

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC 2	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ナトリウムカルボキシメチルセルロース	Aqualon CMC Type 7LT	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ヒドロキシエチルセルロース	Klucel (登録商標) H	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
カラギナン	Genu (登録商標) Carrageenan, Type CHP-1	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
防虫剤	F&FS #32946	Flavor and Fragrance Specialties (ニュージャージー州フランクリンレイク)
防腐剤 プロピレングリコール (および) ジアゾリジニル尿素 (および) メチルパラベン (および) プロピルパラベン	Germaben II	Sutton Laboratory (ニューヨーク州チャタム)

【0083】

【表39】

実施例8

ペット用シャンプー

	成分	重量%
A	蒸留水	69.70%
B	トリエタノールアミン—ラウリルスルフェート (40%活性)	15.00%
C	ラウロ両性ナトリウム (および) ナトリウムトリ デセススルフェート	10.00%
D	ココミドジエタノールアミン	02.50%
E	ステアリン酸グリコール	01.20%
F	プロピレングリコール (および) ジアゾリジニル 尿素 (および) メチルパラベン (および) プロピ ルパラベン (防腐剤)	00.75%
G	HMHEC1	00.60%
H	香料 (Wildflower)	00.25%
I	くえん酸	pH調整
合計		100.00%

【0084】

手順

ポリマーGを70℃に加熱しながら容器中の水の渦に添加し、5分間攪拌した。次に、TEALおよびステアリン酸グリコールを少量容器に添加し、添加の間によく混合した。添加が全部なされた後、加熱を止め、容器を冷却した。容器が約55℃に冷却したとき、ココミド(ココアミド)DEAを容器に添加した。次に、防腐剤を添加した。ついで容器内のpHを、くえん酸溶液で約5.0に調整した。香料を添加して5分間混合した。ついで配合物を容器に注入して、容器の頭部を締めた。

【0085】

【表40】

実施例 8

ペット用シャンプー

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC1	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
トリエタノールアミンラウリルスルフェート (40%活性)	Stepanol WAT	Stepan Co. (イリノイ州ノースフィールド)
ラウロ両性ナトリウム (および) ナトリウムトリデセススルフェート	Miracara MHT	Rhone-Poulenc (ニュージャージー州克蘭バリー)
ステアリン酸グリコール	Kessco EGMS	Stepan Co. (イリノイ州ノースフィールド)
コカミドジエタノールアミン	Monamid CMA	Mona Industries Inc. (ニュージャージー州パターソン)
防腐剤 プロピレングリコール (および) ジアソリジニル尿素 (および) メチルパラベン (および) プロピルパラベン	Germaben II	Sutton Laboratory (ニューヨーク州チャタム)
香料	"Wildflower"	Flavor and Fragrance Specialties (ニュージャージー州フランクリンレイク)

【0086】

【表41】

実施例9Aペット用シャンプーX32415-67A

	成分	商標名	重量%
フェーズ I			
A	蒸留水		69.95
B	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3*	0.60
フェーズ II			
C	トリエタノールアミン—ラウリルスルフェート	Stepanol WAT	15.00
D	ラウロ両性ナトリウム（および）ナトリウムトリデセススルフェート	Miracare MHT	10.00
E	ステアリン酸グリコール	Kessco EGMS	1.20
フェーズ III			
F	コカミドジエタノールアミン	Monamid CMA	2.50
G	防腐剤	Germaben II	0.75
H	くえん酸溶液、5.0%		q.s.
合計			100.00

* HMHEC3は、B型LVTD粘度計で測定して、1%25℃で最低500cpsの水溶性粘度と、グリオキサール処理で約62～68℃の曇り点とを有する3-ブトキシ-2-ヒドロキシプロピルヒドロキシエチルセルロースである

【0087】

手順

水（A）を、攪拌しながら70℃に加熱した。ポリマー（B）を攪拌水の渦に添加し、5分間混合した。次に、界面活性剤（D）および（E）を徐々に順々に一度にひとつずつ容器に添加し、各添加の間によく混合した。ついで加熱を止め、容器を冷却した。容器が約55℃に冷却したとき、コカミドDEA（F）を容器に添加した。次に、防腐剤を添加した。ついで容器のpHを、くえん酸溶液（H）で約5.0に調整した。ついで配合物を容器に注入した。

【0088】

比較実施例9Bペット用シャンプーX32415-67B

ヒドロキシプロピルセルロース、Klucel（登録商標）Hを、上記処方
改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0089】

【表42】

実施例9—ペットシャンプーテストデータ

室温

X32415-67A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	5.35	3	12	3880	白、不透明、真珠光
1週間	5.13	3	12	3750	白、不透明、真珠光、粘質、なめらか
4週間	5.15	3	12	3360	白、不透明、真珠光、均一、分離なし
8週間	5.12	3	12	3420	白、不透明、真珠光、均一、分離なし
12週間	4.96	3	12	3440	白、不透明、真珠光、均一、分離なし

X32415-67B KLUCEL H

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	5.44	3	12	2390	白、不透明、真珠光
1週間	5.18	3	12	2260	白、不透明、真珠光、粘質、なめらか
4週間	5.10	3	12	1690	白、不透明、真珠光、均一、分離なし
8週間	5.14	3	12	1960	頭部やや真珠光、EGMS多分分離、界面なし、ガム状
12週間	4.96	3	12	2780	50/40/10：激曇り/白不透明/透明

【0090】

【表43】

実施例9—ペットシャンプー テストデータ

40℃恒温

X32415-67A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	5.10	3	12	3620	1週間の室温より白くなく、より真珠光
4週間	5.14	3	12	2840	淡黄色、不透明、真珠光、均一、分離なし
8週間	5.11	3	12	2510	白、不透明、真珠光、均一、分離なし
12週間	4.98	3	12	2290	ごく淡黄色、不透明、真珠光、均一、分離なし

X32415-67B KLUCEL H

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	5.13	3	12	2310	頭部の70%は曇り 底部の80%は白、不透明
4週間	未実施	未実施	未実施	未実施	頭部の60%は曇り、淡黄色 底部の40%は白、不透明、ゲル化
8週間	未実施	未実施	未実施	未実施	頭部の60%は曇り、淡黄色 底部の40%は白、不透明、ゲル化
12週間	5.06	3	12	2220	頭部の60%は曇り、淡黄色 底部の40%は白、不透明、ゲル化

【0091】

【表44】

実施例9—ペットシャンプー テストデータ

5℃冷蔵庫

X32415-67A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	5.07	3	12	3830	1週間の室温より白くなく、より真珠光
4週間	5.08	3	12	3510	白、不透明、真珠光、均一、分離なし
8週間	5.04	3	12	3650	白、不透明、真珠光、均一、分離なし
12週間	4.85	3	12	3790	白、不透明、真珠光、均一、分離なし

X32415-67B KLUGEL H

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	5.16	3	12	2580	頭部の70%は曇り 底部の30%は白、不透明
4週間	5.15	3	12	1690	白、不透明、真珠光、均一、分離なし
8週間	5.13	3	12	2340	頭部はやや青白い、EGMS多分分離、やや沈降、ガム状
12週間	4.98	3	12	2910	白、不透明、真珠光、均一、分離なし

【0092】

【表45】

実施例9—ペットシャンプーテストデータ

冷凍/解凍

X32415-67A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル					未実施
2サイクル					未実施
3サイクル					未実施
4サイクル					未実施
5サイクル					未実施

X32415-67B KLUCEL H

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル					未実施
2サイクル					未実施
3サイクル					未実施
4サイクル					未実施
5サイクル					未実施

【0093】

本発明のポリマーHMHEC3で作ったペット用シャンプー（配合物“A”）は、3つの全温度テスト条件、すなわち、室温、40℃および5℃で、ほぼ25～50%も高い粘度を与えた。配合物は、3つの全温度条件で安定していた。これに対し、Klucel（登録商標）で作った配合物“B”は、3つの全温度テスト条件で乏しい安定性を示した。

【0094】

【表46】

比較実施例9A&9Bペット用シャンプー

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ヒドロキシプロピルセルロース	Klucel (登録商標) H	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
トリエタノールアミンラウリルスルフェート (40%活性)	Stepanol WAT	Stepan Co. (イリノイ州ノースフィールド)
ラウロ両性ナトリウム (および) ナトリウムトリデセススルフェート	Miracara MHT	Rhone-Poulenc (ニュージャージー州克蘭バリー)
ステアリン酸グリコール	Kessco EGMS	Stepan Co. (イリノイ州ノースフィールド)
コカミドジエタノールアミン	Monamid CMA	Mona Industries Inc. (ニュージャージー州パターソン)
防腐剤 プロピレングリコール (および) ジアゾリジニル尿素 (および) メチルパラベン (および) プロピルパラベン	Germa-ben II	Sutton Laboratory (ニューヨーク州チャタム)

【0095】

【表47】

実施例10A防虫剤ローションX32415-61A

	成分	商標名	重量%
フェーズI			
A	蒸留水		
B	グリセリン、USP		78.25
C	改質ヒドロキシエチルセルロース		2.00
D	NaOH 溶液、0.5%	HMHEC4	0.50
フェーズII			q.s.
E	ステアリン酸グリコール	Kessco EGMS	
F	ステアリン酸	Industrene 5016	2.75
G	鉱油	Drakeol 9	2.50
H	アセチル化ラノリン	Acytan	2.00
I	セチルアルコール	Crodacol C-95	0.50
フェーズIII			0.25
J	蒸留水		
K	トリエタノールアミン		9.00
フェーズIV			0.50
L	防虫剤	F&FS#32946	
M	防腐剤	Germaben II	1.00
合計			0.75
			100.00

【0096】

手順

グリセリン (B) を、よく攪拌した水 (A) の渦に添加した。次に、ポリマーを混合しながら添加して分散し、pHを8.5 (D) に調整した。混合物を油浴内で80℃に加熱し、溶解するまで混合した。別の容器で、フェーズIIの成分 (E、F、G、HおよびI) を配合し、浴に入れて80℃に加熱し、溶解するまで混合した。フェーズIIを、80℃の温度を維持しながらよく攪拌して、フェーズIに添加した。次に、フェーズIIIの成分 (J、K) を別の容器で結合し、エマルジョンに添加し、40℃に冷却しながら混合し続けた。ついで、フェーズIVの成分 (L、M) を順々にエマルジョンに添加し、各添加後に5分間混合した。ついで、配合物を室温まで冷却し、容器に注入した。

【0097】

比較実施例10B防虫剤ローション

X32415-61B

ナトリウムカルボキシメチルセルロース、CELLULOSE GUM Type 7Mを、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0098】

【表48】

実施例10-防虫剤ローションテストデータ

室温

X32415-61A HMHEC-4

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	7.69	4	12	8400	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
1週間	7.76	4	12	7800	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
4週間	7.60	4	12	6950	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
8週間	7.53	4	12	6650	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
12週間	7.52	4	12	7350	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一

X32415-61B CMC 7M

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	7.65	3	12	2060	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
1週間	7.69	3	12	2650	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
4週間	7.54	3	12	2940	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
8週間	7.40	4	12	3300	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
12週間	7.46	4	12	3700	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い

【0099】

【表49】

実施例10-防虫剤ローションテストデータ

40°C貯

X32415-61A HMHEC-4

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間					未実施
4週間					未実施
8週間					未実施
12週間					未実施

X32415-61B CMC 7M

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間					未実施
4週間					未実施
8週間					未実施
12週間					未実施

【0100】

【表50】

実施例10ー防虫剤ローションテストデータ

5℃冷蔵庫

X32415-61A HMHEC-4

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	7.72	4	12	8850	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
4週間	7.74	4	12	8950	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
8週間	7.54	4	12	7700	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
12週間	7.63	4	12	8200	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一

X32415-61B CMC 7M

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	7.72	3	12	3010	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
4週間	7.50	3	12	3750	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
8週間	7.48	4	12	4150	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
12週間	7.60	4	12	4200	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い

【0101】

【表51】

実施例9ー防虫剤ローションテストデータ

冷凍/解凍

X32415-61A HMHEC-4

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	7.52	4	12	18,150	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
2サイクル	7.57	4	12	18,100	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
3サイクル	7.78	4	12	13,650	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
4サイクル	7.82	4	12	12,750	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一
5サイクル	7.88	4	12	13,050	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一

X32415-61B CMC 7M

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	7.45	4	12	6,000	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
2サイクル	7.54	4	12	4,250	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
3サイクル	7.58	4	12	3,200	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
4サイクル	7.43	4	12	2,850	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い
5サイクル	7.53	4	12	2,950	白、不透明、なめらか、クリーミー、均一、Aより薄い

【0102】

本発明のHMHEC4で作った防虫剤ローション（配合物“A”）は、別の多糖、CMC 7Mで作った配合物“B”と比較して、ほぼ3倍も高い粘度を与えた。

【0103】

【表52】

実施例10A&10B

防虫剤ローション

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース*	HMHEC4*	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ナトリウムカルボキシメチルセルロース	CELLULOSE GUM Type 7M	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ステアリン酸グリコール	Kessco EGMS	Stepan Co. (イリノイ州ノースフィールド)
ステアリン酸	Industrene 5016	Witco Corporation (コネチカット州グリニッジ)
鉱油	Drakeol 9	Penreco (ペンシルバニア州バトラー)
アセチル化ラノリン	Acy lan	Croda Inc. (ニュージャージー州パルシパニー)
セチルアルコール	Crodacol C-95	Croda Inc. (ニュージャージー州パルシパニー)
防虫剤	F&FS #32946	Flavor and Fragrance Specialties (ニュージャージー州フランクリンレイク)
防腐剤 プロピレングリコール (および) ジアソリジニル尿素 (および) メチルパラベン (および) プロピルパラベン	Germaben 11	Sutton Laboratory (ニューヨーク州チャタム)

* HMHEC4は、B型LVTD粘度計で測定して、1%25℃で最低2000cpsの水性粘度と、グリオキサール処理で約62~68℃の曇り点とを有する3-ブトキシ-2-ヒドロキシプロピルヒドロキシエチルセルロースである

[0104]

【表53】

実施例 1 1

事業業用液体石鹸

成分	重量%
水	74.88%
ナトリウム C14-C16 オレフィンスルホネート、40%活性	07.50%
ナトリウムラウロイルサルコシネート、30%活性	06.66%
ココミドプロピルベタイン、35%活性	06.66%
ステアリン酸グリコール	01.00%
HMHEC1	00.80%
プロピレングリコール	00.50%
グリセリン	00.50%
テトラナトリウムエチレンジアミンテトラセテート	00.30%
ステアラルコニウムクロリド	00.10%
クロルヘキシジンジグルコネート (20%)	01.00%
メチルパラベン	00.10%
合計	100.00%

【0105】

手順

HMHEC1を、攪拌水の容器に分散し、ポリマーを溶解するために混合しながらpHを約8.0～8.5に調整した。溶解には約45分かかった。ついでメチルパラベンを溶液に添加した。水溶性ポリマー溶液を徐々に攪拌しながら、ステアラルコニウムクロリド、オレフィンスルホネートおよびステアリン酸グリコールを、各添加の間に5分間攪拌しながら一度にひとつずつ溶液に添加した。次に、ステアリン酸グリコール全部が溶解して溶液が不透明になるまで、混合物を80℃に加熱した。次に、溶液を徐々に室温まで冷却しながら、残りの成分を添加した。着色剤シクロヘキシジンおよび香料成分を添加して、配合物を完成させた。ついで、配合物をパックに詰めた。

【0106】

【表54】

実施例 1 2 A万能洗浄剤X 3 2 4 1 5 - 7 9 A

	成分	商標名	重量%
A	水		91.80
B	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3*	0.30
C	アンモニウムカプリレススルフェート	Rhodapex CD-128	1.70
D	ブトキシエタノール	Butyl Cellosolve	3.50
E	メタ珪酸ナトリウム		1.70
F	リン酸三ナトリウム		1.00
合計			100.00

* この製品は、B型LVTD粘度計で測定して、1%25℃で最低500cpsの水性粘度と、グリオキサール処理で約62～68℃の曇り点とを有する3-ブトキシ-2-ヒドロキシプロピルヒドロキシエチルセルロースである

【0107】

手順

ポリマー（B）を、混合しながら容器内の攪拌水（A）の渦に添加した。混合物のpHを8.5に調整し、45分間もしくは十分に溶解するまで混合した。ついで他の成分（C、D、E、F）それぞれを上記した順序で容器に添加し、各成分の添加の間に5分間攪拌した。

【0108】

エアゾール用途については、溶液の85%を、Allied Corporation製15%噴射剤Genetron12と混合できる。

【0109】

実施例 1 2 B万能洗浄剤X 3 2 4 1 5 - 7 9 B

グア-ヒドロキシプロピルトリモ-ウムクロリド、N-Hance（登録商標）3196（N-Hance 3196は、陽イオングア-である。20rpmで、3800～4800cpsの1.0%水性ブルックフィールド粘度を有する）を、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。ポリマー混

合物を8.5ではなく6.0～6.5のpHに調整したことを除いて、同じ手順を用いた。

【0110】

【表55】

実施例12ー万能洗淨剤テストデータ

室温

X32415-79A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	12.31	1	12	27.0	透明、無色
1週間	12.13	1	12	-	透明、無色
4週間	12.32	1	12	29.2	透明、無色、やや白い粉末、沈降
8週間	-	-	-	-	
12週間	12.26	1	12	38.5	透明、無色、適度に白い沈降(1/32 ")、再混合せず

X32415-79B N-HANCE 3196

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	12.26	1	12	26.5	適度な曇り、底部に1/8 "白粉末沈降
1週間	12.13	1	12	22.0	やや曇り、無色、底部に1/2 "白粉末沈降
4週間	12.24	1	12	18.5	やや曇り、無色、1/4 "白沈降
8週間	-	-	-	-	
12週間	12.25	1	12	18.5	曇り、無色、1/4 "白ゲル沈降、攪拌で再分散

【0111】

【表56】

実施例12—万能洗浄剤 テストデータ

40°C 貯

X32415-79A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	12.14	1	12	29.0	頭部1/2やや曇り、真中透明、 底部にごくわずかな沈降
4週間	12.20	1	12	32.5	透明、無色、やや白い粉末沈降、両側に薄膜
8週間	-	-	-	-	
12週間	12.10	1	12	33.5	透明、無色、かなりの沈降、フレーク、再混合せず

X32415-79B N-HANCE 3196

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	12.14	1	12	24.0	適度な曇り、非常に淡い黄色、1/4 "白沈降
4週間	12.30	1	12	15.0	適度な曇り、1/4 "粘性沈降
8週間	-	-	-	-	
12週間	12.13	1	12	13.0	曇り、無色、1/4 "白粉末沈降、攪拌で再混合

【0112】

【表57】

実施例12-万能洗浄剤テストデータ

5℃冷蔵庫

X32415-79A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	12.17	1	12	29.5	透明、無色
4週間	12.23	1	12	28.0	透明、無色、沈殿なし、沈降なし
8週間	-	-	-	-	
12週間	12.23	1	12	24.0	透明、無色、沈殿なし、沈降なし

X32415-79B N-HANCE 3196

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	12.14	1	12	25.5	透明、無色、底部に3/4 "曇った相
4週間	12.27	1	12	16.0	透明、無色、底部に1 "濁った白沈降
8週間	-	-	-	-	
12週間	12.23	1	12	14.0	透明、無色、1/4 "白ゲル沈降、再混合せず

【0113】

【表58】

実施例12－万能洗浄剤テストデータ冷凍/解凍X32415-79A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル					未実施
2サイクル					未実施
3サイクル					未実施
4サイクル					未実施
5サイクル					未実施

X32415-79B N-HANCE 3196

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル					未実施
2サイクル					同上
3サイクル					同上
4サイクル					同上
5サイクル					同上

【0114】

本発明のHMHEC3で調製した万能洗浄剤“A”は、N-Hance（登録商標）3196系配合物“B”と比較して、改善された粘度安定性を与えた。万能洗浄剤のpHは、非常に高かった（約12）。

【0115】

【表59】

実施例12A&12B万能清浄剤

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3	ハーキュリーズインコーポレーティッド（デラウェア州ウィルミントン）
グアーヒドロキシプロピルトリモニウムクロリド	N-Hance（登録商標）3196	ハーキュリーズインコーポレーティッド（デラウェア州ウィルミントン）
アンモニウムカプリレスルフェート	Rhodapex CD-128	Rhone-Poulenc（ニュージャージー州クランバリー）
ブトキシエタノール	Butyl Cellolve	Union Carbide（ニュージャージー州サマーセット）

【0116】

【表60】

実施例13A消毒剤X32415-99A

	成分	商標名	重量%
A	水		90.75
B	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC4*	0.75
C	ベンザルコニウムクロリド	Barquat MB-80	5.00
D	オクトキシノール-9	Triton X-100	1.00
E	イソプロパノール		2.00
F	レモン油	Natural Lemon Oil #2426	0.50
合計			100.00

* HMHEC4製品は、B型LVTD粘度計で測定して、1%25℃で最低2000cpsの水性粘度と、グリオキサール処理で約62～68℃の曇り点とを有する3-ブトキシ-2-ヒドロキシプロピルヒドロキシエチルセルロースである

【0117】

手順

ポリマー（B）を、混合しながら容器内の攪拌水（A）の渦に添加した。混合物のpHを8.5に調整し、45分間もしくは十分に溶解するまで混合した。ついで他の成分（C、D、E、F）それぞれを上記した順序で容器に徐々に添加し、各成分の添加の間に5分間攪拌した。ついで、配合物を容器に注入した。

【0118】

比較実施例13B消毒剤X32415-99B

カラギナン、Genu（登録商標）Type SGP-3（Genu Carageenan SGP3は、スクロースで規格化されたラムダ型カラギナンである）を、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。ポリマー混合物のpHを調整しなかったことを除いて、同じ手順を用いた。

【0119】

【表61】

実施例13—消毒剤テストデータ

室温

X32415-89A HMHEC-4

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	-	1	12	181.5	わずかな曇り、無色(4時間)
1週間	7.21	1	12	140.5	無色、わずかな青み、わずかな曇り
4週間	7.45	1	12	124.0	無色、わずかな青み、わずかな曇り
8週間	7.05	1	12	109.5	無色、わずかな青み、ごくわずかな曇り
12週間					

X32415-89B Carrageenan SGP-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	-			未実施	4時間以内に分離 頭部の1/2は透明、底部の1/2は白沈殿
1週間	7.42			未実施	頭部の1/2は透明、底部の1/2は白沈殿
4週間	7.39	1	12	8.0	頭部の2/3は透明、底部の1/3は白沈殿 (実施中沈降)
8週間	未実施			未実施	頭部の2/3は透明、底部の1/3は白沈殿
12週間					

【0120】

【表62】

実施例13ー消毒剤テストデータ

40℃恒温

X32415-89A HMHEC-4

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	7.16	1	12	112.0	透明、無色
4週間	7.03	1	12	91.5	無色、わずかな青み、わずかな曇り
8週間	6.91	1	12	81.0	透明、無色
12週間					

X32415-89B Carrageenan SGP-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	未実施			未実施	頭部の1/2は透明、底部の1/2は白沈殿
4週間	未実施			未実施	頭部の2/3は透明、底部の1/3は白沈殿 (実施中沈降)
8週間	未実施			未実施	頭部の2/3は透明、底部の1/3は白沈殿
12週間					

【0121】

【表63】

実施例13-消毒剤テストデータ5°C冷蔵庫X32415-89A HMHEC-4

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	7.32	1	12	147.5	無色、わずかな青み、わずかな曇り
4週間	7.21	1	12	143.5	無色、わずかな青み、ごくわずかな曇り
8週間	6.80	1	12	132.5	無色、わずかな青み、ごくわずかな曇り
12週間					

X32415-89B Carrageenan SGP-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	未実施			未実施	頭部の1/2は透明、底部の1/2は白沈殿
4週間	未実施			未実施	頭部の2/3は透明、底部の1/3は白沈殿 (実施中沈降)
8週間	未実施			未実施	頭部の2/3は透明、底部の1/3は白沈殿
12週間					

【0122】

【表64】

実施例13-消毒剤テストデータ

冷凍/解凍

X32415-89A HMHEC-4

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	7.12	1	12	137.5	わずかな曇り、無色、わずかな青
2サイクル	7.09	1	12	137.5	わずかな曇り、無色、わずかな青
3サイクル	7.16	1	12	133.5	わずかな曇り、無色、わずかな青
4サイクル	7.19	1	12	119.5	わずかな曇り、無色、わずかな青
5サイクル	7.01	1	12	126.5	わずかな曇り、無色、わずかな青

X32415-89B Carrageenan SGP-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	7.45			未実施	頭部相は透明、1 "白沈殿
2サイクル	7.49			未実施	頭部相は透明、1 "白沈殿
3サイクル	未実施			未実施	頭部相は透明、1 "白沈殿
4サイクル	未実施			未実施	頭部相は透明、1 "白沈殿
5サイクル	7.15			未実施	頭部相は透明、1 "白沈殿

【0123】

本発明のHMHEC4に基づく消毒剤配合物“A”は、カラギナンSGP-3に基づく配合物“B”と比較して、顕著に良好な安定性を与える。配合物“B”は沈降を示した。

【0124】

【表65】

実施例13A&13B消毒剤

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC4	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
カラギナン、ラムダ型	Genu (登録商標) Carrageenan Type SGP-3	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ベンザルコニウムクロリド	Barquat MB-80	Lonza Inc. (ニュージャージー州フェアローン)
オクトキシノール-9	Triton X-100	Rohm & Haas (ペンシルバニア州フィラデルフィア)
レモン油	Natural Lemon Oil #2426	GSB & Associates. (ジョージア州ケネソー)

【0125】

【表66】

実施例 14 A固形石鹸X 3 1 9 9 3 - 1 2 A

	成分	商標名	重量%
フェーズ I			
A	ナトリウムココイルセチオネート	Gero pon AS200	70.00
B	ステアリン酸、3回プレス	Industrene 5016	15.30
C	ヘクトライト	Benetone EW	5.00
D	改質ヒドロキシエチルセルロース	AQU D-3441*	1.00
フェーズ II			
E	脱イオン水		7.49
F	塩化ナトリウム		0.50
G	二酸化チタン		0.01
H	染料	FD & C レッド#40	0.20
I	香料	Mulberry	0.50
合計			100.00

* AQU D 3 4 4 1 は、非イオンで、ヒドロキシエチルおよび長鎖（すなわち、 C_{16} ）アルキル基を含み、1% 25℃で最高 25 c p s のブルックフィールド粘度を有する疎水性に改質されたヒドロキシエチルセルロースである

【0126】

手順

フェーズ I の成分（A、B、C、D）を、最低速度で混合しながらキッチンミキサーのボウルに順々に添加し、よく配合されるまで15分間混合した。別の容器で、フェーズ II の成分（E、F、G、H、I）を予備混合し、ついで混合しながらキッチンミキサーのフェーズ I の成分に滴下のようにして添加し、たびたびボウルをかき取りながら混合を15分間続けた。ついでこの配合物をタブレットにプレスした。

【0127】

比較実施例 14 B固形石鹸X 3 1 9 9 3 - 1 2 B

ペクチン、Slendid BB Rapid Set (Slendid BB Rapid Set は、ISO15級のUSA-SAGゲル強度を有する。

それは高メトキシペクチンである)を、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順を用いた。

【0128】

【表67】

実施例14-固形石鹸テストデータ

24時間シェーカーテスト

<u>X31993-12A、静止のAQU D3441</u>
トップフェーズ：約70%が、適度な量の大きな懸濁粒子を有する半透明な赤い液体である。第二フェーズは、1.5インチの暗色の液体である。底フェーズは、約0.06インチの白い粒状沈降物である。タブレットは、フリー、円筒形、初期サイズの約80%である。
<u>X31993-12B、静止のSplendid</u>
トップフェーズ：かなりの量の小さな粒子を有する半透明な赤い液体。第二フェーズは、1.25インチである。底フェーズは、0.25インチである。タブレットは、初期サイズの約60%で、集中、コーン形である。
<u>X31993-12A、渦巻いたAQU D3441</u>
水は、不透明な赤である。運動に激量の白い顆粒。
<u>X31993-12B、渦巻いたSplendid</u>
水は、不透明な赤である。12Aよりもさらに激量の白い粒子。

【0129】

本発明のAQU D3441で作った固形石鹸は、Splendid（登録商標）で作った固形石鹸配合物“B”に比べて良好な結合性を与えた。すなわち、シェーカーテスト24時間後に、AQU D3441で作った石鹸は、Splendid（登録商標）の場合の原寸の約60%に比較して、原寸の約80%を保持した。48時間のシェーカーテストでは、AQU D3441系固形石鹸は、Splendidで作った試料の場合の約50%に比較して、原寸の約70%を保持した。

【0130】

【表68】

実施例14A&14B固形石鹸使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	AQU D-3441	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ナトリウムココイリセチオネート	Geropon AS200	Rhone-Poulenc (ニュージャージー州克蘭バリー)
ステアリン酸、3回プレス	Industrene 5016	Witco Corporation (コネチカット州グリニッジ)
ヘクトライト	Bentone EW	Rheox, Inc. (ニュージャージー州ハイツタウン)
染料、FD&Cレッド#40	Code #10-21-DA-6056	Hilton-Davis (オハイオ州シンシナティ)
香料	Mulberry	McAuley's, Inc. (テネシー州メンフェス)
ペクチン	Slendid BB Rapid Set	ハーキュリーズインコーポレーティッド

【0131】

【表69】

実施例15A敷物および室内装飾品用特殊洗剤X32415-85A

	成分	商標名	重量%
A	脱イオン水		76.00
B	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC1	0.50
C	ナトリウムラウレスルフェート	Rhodapex ES	20.00
D	燐酸ナトリウム、三塩基性		2.00
E	PPG-2 メチルエーテル	Dowanol DPM	1.50
合計			100.00

【0132】

手順

ポリマー（B）を、容器内の攪拌水（A）の渦に添加し、容器内の混合物のpHを8.5に調整し、45分間もしくは溶解するまで攪拌した。他の成分（C、D、E）を上記した順序で一度に1つずつ添加した。各成分を、遅い速度で溶液に5分間混合した。添加がすべて終わった後、配合物を容器に注入した。

【0133】

比較実施例15B敷物および室内装飾品用特殊洗剤X32415-85B

メチルヒドロキシプロピルセルロース、Benecel（登録商標）MP943Wを、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。以下を除いて同じ手順が続いた：水（A）の1/3を約80℃に加熱し、混合しながらBenecelを添加し、ついで5分間混合して分散し、ついで残りの水2/3を周囲温度で添加し、30分間混合してポリマーを溶解した。上記のように手順を続けた。

【0134】

【表70】

実施例15—敷物及び室内装飾品用特殊洗剤 テストデータ

室温

X32415-85A HMHEC-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	11.9	1	12	150.5	透明、無色
1週間	-	-	-	-	
4週間	12.0	1	12	149.5	透明、無色、わずかな青み
8週間	11.7	1	12	137.5	透明、無色、わずかな青み
12週間	11.9	1	12	134.0	わずかな曇り、無色、分離なし

X32415-85B BENECEL MP943W

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	11.9	1	12	32.5	透明、無色、底部に微量繊維
1週間	-	-	-	-	
4週間	11.9	1	12	29.5	透明、無色、底部に微量繊維
8週間	11.7	1	30	28.6	透明、無色、適量(1/32 ")の白沈降
12週間	11.9	1	30	28.4	透明、無色、適量(1/32 ")の白沈降

【0135】

【表71】

実施例15—敷物及び室内装飾品用特殊洗剤 テストデータ

40°C 炉

X32415-85A HMHEC-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	—	—	—	—	
4週間	11.9	1	12	109.0	わずかな曇り、無色、わずかな青み、ごくわずかに白沈降
8週間	11.6	1	12	104.5	適度な曇り、わずかな白沈降
12週間	11.8	1	12	100.5	わずかな曇り、無色、わずかな青、適度(1/32 ")な白沈降

X32415-85B BENECCEL MP943W

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	—	—	—	—	
4週間	12.0	1	12	24.5	透明、無色、底にかなりの量の白沈殿
8週間	11.7	1	30	24.2	透明、無色、かなりの量の白沈降(1/16 ")
12週間	11.9	1	30	24.2	透明、無色、適量(1/32 ")の白沈降

【0136】

【表72】

実施例15—敷物及び室内装飾品用特殊洗剤 テストデータ

5°C冷蔵庫

X32415-85A HMHEC-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	11.9	1	12	151.5	透明、無色
8週間	11.5	1	12	148.0	透明、無色、沈降なし
12週間	11.9	1	12	143.5	わずかな曇り、無色、分離なし

X32415-85B BENECCEL MP943W

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	12.0	1	12	29.5	透明、無色
8週間	11.7	1	30	29.4	透明、無色、ごくわずかな白沈降
12週間	11.9	1	30	29.2	透明、無色、わずかな沈降

【0137】

【表73】

実施例15—敷物及び室内装飾品用特殊洗剤 テストデータ

冷凍/解凍

X32415-85A HMHEC-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	12.0	1	12	158.0	透明、無色
2サイクル	11.9	1	12	146.5	透明、無色
3サイクル	12.0	1	12	151.0	透明、無色
4サイクル	11.9	1	12	147.5	透明、無色
5サイクル	11.7	1	12	131.0	透明、無色

X32415-85B BENECEL MP943W

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	12.0	1	12	34.5	透明、無色
2サイクル	12.0	1	12	31.5	透明、無色
3サイクル	12.0	1	12	34.0	透明、無色、底部に微量繊維
4サイクル	12.0	1	12	31.5	透明、無色、底部に微量繊維
5サイクル	12.3	1	12	33.0	透明、無色

【0138】

本発明のHMHEC1で作った敷物および室内装飾品用特殊洗剤配合物“A”は、Benecel（登録商標）MP943Wで作った配合物製品“B”よりもほぼ5倍も高い粘度だった。配合物のpHは、非常に高かった（約12）。また、本発明のポリマーは、高pH系で安定である。

【0139】

【表74】

実施例15A&15B敷物および室内装飾品用特殊洗剤

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC1	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ナトリウムラウレスルフェート	Rhodapex ES	Rhone-Poulenc (ニュージャージー州克蘭バリー)
PPG-2メチルエーテル	Dowanol DPM	Dow Chemical USA (ミシガン州ミッドランド)
ヒドロキシプロピルメチルセルロース	Benecel (登録商標) MP943W*	ハーキュリーズインコーポレーティッド

* Benecel (登録商標) は、非イオンで、2%20℃で約4000cpsのブルックフィールド粘度を有するヒドロキシプロピルメチルセルロースである

【0140】

【表75】

実施例16A液体洗濯用柔軟剤／洗剤X31993-47A

	成分	商標名	重量%
パートI			
A	水		64.727
B	PEG-10 水素化牛脂アミン	Varonic T-210	5.682
C	イミダゾリウム化合物	Varisoft 3690	1.591
D	エタノール		4.545
E	くえん酸溶液、15%		14.364
パートII			
F	水		8.999
G	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3	0.091
合計			100.000

【0141】

手順

パート I の水 (A) を、容器に装填して攪拌した。パート I の成分 (B、C、D、E) を混合しながら渦に順々に徐々に添加し、各添加後 5 分間混合し、ついで最後の添加後 30 分間混合した。別の容器で、ポリマー (G) を、混合しながらパート I I の水 (F) の渦に添加した。パート I I の pH を 8.0 ~ 8.5 に調整し、30 分間混合してポリマーを溶解した。パート I I を、混合しながら徐々にパート I に添加した。配合物を 1 時間混合し、ついで容器に注入した。

【0142】

比較実施例 16 B液体洗濯用柔軟剤／洗剤X31993-47B

カラギナン、Genu (登録商標) Carrageenan Type CH P-1 を、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。以下を除いて同じ手順が続いた：パート I I の水 (F) を約 80℃ に加熱した。カラギナンを、混合しながら水の渦に添加し、30 分間混合して溶解し、ついでパート I を添加する前に室温に冷却した。上記実施例 16 A のように手順を続けた。

【0143】

【表 76】

実施例16—液体洗濯用柔軟剤/洗剤 テストデータ

室温

X31993-47A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日		UL	12	7.0	透明、淡黄色
1週間	3.3	UL	12	7.0	透明、淡黄色、底部にごく微量繊維
4週間	3.1	UL	12	6.7	透明、淡黄色、底部にごく微量繊維
8週間		UL	12		
12週間		UL	12		

X31993-47B CARRAGEENAN CHP-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日					調製失敗
1週間					同上
4週間					同上
8週間					同上
12週間					同上

【0144】

【表77】

実施例16—液体洗濯用柔軟剤/洗剤 テストデータ

40°C 恒

X31993-47A HMHEC-3

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間	3.2	UL	12	6.6	透明、淡黄色、底部にごく微量繊維
4週間	3.1	UL	12	6.0	透明、淡黄色、底部にごく微量繊維
8週間		UL	12		
12週間		UL	12		

X31993-47B CARRAGEENAN CHP-1

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間					調製失敗
4週間					同上
8週間					同上
12週間					同上

【0145】

【表78】

実施例16—液体洗濯用柔軟剤/洗剤テストデータ

5℃冷蔵庫

X31993-47A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	3.3	UL	12	6.9	透明、淡黄色、底部にごく微量繊維
4週間	3.0	UL	12	6.0	透明、淡黄色、底部にごく微量繊維
8週間		UL	12		
12週間		UL	12		

X31993-47B CARRAGEENAN CHP-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間					調製失敗
4週間					同上
8週間					同上
12週間					同上

【0146】

【表79】

実施例16—液体洗濯用柔軟剤/洗剤 テストデータ

冷凍/解凍

X31993-47A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル					未実施
2サイクル					未実施
3サイクル					未実施
4サイクル					未実施
5サイクル					未実施

X31993-47B CARRAGEENAN CHP-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル					調製失敗
2サイクル					同上
3サイクル					同上
4サイクル					同上
5サイクル					同上

【0147】

本発明のHMHEC3で調製した液体洗濯用洗剤/柔軟剤配合物は、透明な生成物を生み出した。しかし、カラギナンCHP-1で調製した同じ配合物は、試料調製中に失敗した。配合物のpHは低かった（約3.5）。本発明のポリマーで作った配合物は、低pH系でも安定である。

【0148】

【表80】

実施例16A&16B液体洗濯用柔軟剤／洗剤

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
カラギナン	Genu (登録商標) Carrageenan Type CHP-1	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
PEG-10水素化牛脂アミン	Varonic T-210	Witco Corporation (コネチカット州グリニッジ)
イミダゾリウム化合物	Varisoft 3690	Witco Corporation (コネチカット州グリニッジ)

【0149】

【表81】

実施例17A制菌性洗濯用柔軟剤X31993-17A

	成分	商標名	重量%
A	ジメチルアンモニウム塩化物	Bardac 2050	15.00
B	メチルビス (牛脂アミドエチル) -2-牛脂イミダゾリニウムメチルスルフェート	Accosoft 808	08.33
C	水		76.18
D	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3	0.50
E	NaOH 溶液、0.50%		q.s.
合計			100.00

【0150】

手順

AccosoftおよびBaradac成分を、容器内で混合した。次に、水を容器に添加して混合した。これに、混合しながらの改質ヒドロキシエチルセルロースの添加が続いた。混合物のpHを8.5に調整し、全成分が溶解するまで混合した。ついでこの配合物を容器に詰めた。

【0151】

比較実施例17B制菌性洗濯用柔軟剤X31993-17B

ペクチン、Slendid（登録商標）BB Rapid Set（Slendid BB Rapid Setは、 150 ± 5 級のUSA-SAGゲル強度を有する。それは、スクロースで規格化された高メトキシルペクチンである）を、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0152】

【表82】

実施例17-制菌性洗濯用柔軟剤 テストデータ

室温

X31993-25A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	8.6	2	12	1152	激しい曇り、無色、分離なし(初期)
1週間	7.2	2	12	1082	激しい曇り、無色、分離なし
4週間	-	-	-	-	
8週間	6.8	2	12	1002	激しい曇り、半透明、均一、分離なし
12週間					

X31993-25B ペクチン、SLENDID BB RAPID SET

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	8.5	1	12	85	激しい曇り、黄色っぽい白、分離なし
1週間	6.9	1	12	74	激しい曇り、黄色っぽい白、ごくわずかな白沈降
4週間	-	-	-	-	
8週間	5.9	1	12	74	頭部の70%は曇り、無色 30%は白沈降、再混合OK
12週間					

【0153】

【表83】

実施例17-制菌性洗濯用柔軟剤テストデータ

40℃恒

X31993-25A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	6.9	2	12	1045	激しい曇り、無色、分離なし
4週間	-	-	-	-	
8週間	5.8	2	12	925	激しい曇り、半透明、均一、分離なし
12週間					

X31993-25B ペクチン、SLENDID BB RAPID SET

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	6.3	1	12	88	激しい曇り、かなりの白沈降、適度に物質懸濁
4週間	-	-	-	-	
8週間	5.3	1	12	67	頭部の90%は曇り、無色/10%は白沈降、再混合OK
12週間					

【0154】

【表84】

実施例17ー制菌性洗濯用柔軟剤テストデータ

5℃冷蔵庫

X31993-25A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	7.7	2	12	1145	激しい曇り、無色、分離なし
4週間	-	-	-	-	
8週間	7.2	2	12	1092	激しい曇り、半透明、均一、分離なし
12週間					

X31993-25B ペクチン SLENDID BB RAPID SET

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	7.6	1	12	89	激しい曇り、黄色っぽい白、ややゲル状の沈降
4週間	-	-	-	-	
8週間	6.7	1	12	84	激しい曇り、半透明、均一、分離なし
12週間					

【0155】

【表85】

実施例17-制菌性洗濯用柔軟剤テストデータ

冷凍/解凍

X31993-25A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	7.7	2	12	1105	かなり曇った、半透明、分離なし
2サイクル	7.4	2	12	1117	かなり曇った、半透明、分離なし
3サイクル	7.4	2	12	1140	かなり曇った、半透明、分離なし
4サイクル	6.9	2	12	1227	かなり曇った、半透明、分離なし
5サイクル	6.9	2	12	1070	かなり曇った、半透明、分離なし

X31993-25B ペクチン SLENDID BB RAPID SET

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	7.2	1	12	76	激しい曇り、ほとんど透明、淡黄色
2サイクル	6.9	1	12	68	激しい曇り、ほとんど透明、淡黄色
3サイクル	7.1	1	12	77	激しい曇り、1/16 "白沈降
4サイクル	6.6	1	12	115	二相:頭部の70%は曇り、30%はオフホワイト沈降
5サイクル	6.6	1	12	153	二相:頭部の70%は曇り、30%はオフホワイト沈降

【0156】

本発明のHMHEC3で作った制菌性洗濯用柔軟剤配合物“A”は、室温、40℃、5℃、および冷凍/解凍サイクルに対して安定な製品を与えた。Slendid（登録商標）で作った同じ配合物“B”は、特に室温、40℃、および冷凍/解凍研究において分離を示した。また、配合物“A”は、粘度がはるかに高かった。

【0157】

【表86】

実施例17A&17B制菌性洗濯用柔軟剤

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3	ハーキュリーズインコーポレーティッド（デラウェア州ウィルミントン）
ペクチン	Slendid（登録商標）BB Rapid Set	ハーキュリーズインコーポレーティッド（デラウェア州ウィルミントン）
ジメチルアンモニウム塩化物	Bardac2050	Lonza, Inc.（ニュージャージー州フェアローン）
メチルビス（牛脂アミドエチル）-2-牛脂イミダゾリニウムメチルスルフェート	Accosoft808	Stepan Company（イリノイ州ノースフィールド）

【0158】

【表87】

実施例18A自動皿洗い洗剤X31993-03A

	成分	商標名	重量%
A	炭酸ナトリウム、密		24.00
B	トリポリリン酸ナトリウム		39.50
C	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC2	1.50
D	ポリ珪酸ナトリウム	Britesil H-20	30.00
E	防腐剤	Germaben II	1.00
F	アルコキシシル化イソプロパノールアミド	Makon NF-5	3.00
合計			100.00

【0159】

手順

炭酸ナトリウム“A”を、キッチンミキサーのボウルに装填した。残りの成分を、遅い速度で混合しながら順々に添加した。液体成分、GermabenおよびMakonを、ミキサーのブレードにのるのを避けて混合物の端に滴下するよ

うにして添加した。ミキサーを止め、両側をかき取り、ついで各添加後に5分間混合した。混合を、均質に混合されるまで、30分間続けた。ついで混合物を容器に移した。

【0160】

比較実施例18B

自動皿洗い洗剤

X31993-03B

キサンタンガム、Kelco K6B166を、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0161】

自動皿洗い洗剤乾燥粉末を、HMHEC2（配合物“A”）と、キサンタンガム（配合物“B”）で調製した。乾燥粉末を調製するのに、なんら困難は観察されなかった。

【0162】

【表88】

実施例18A&18B自動皿洗い洗剤

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC2	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
キサントガム	Kelco K6B166	Kelco Div. of Merck & Co. (カリフォルニア州サンディエゴ)
ポリ珪酸ナトリウム	Britesil H-20	PQ Corporation (ペンシルバニア州コンショホッケン)
アルコキシル化イソプロパノールアミド	Makon NF-5	Stepan Company (イリノイ州ノースフィールド)
防腐剤 プロピレングリコール (および) ジアゾリジニル尿素 (および) メチルパラベン (および) プロピルパラベン	Germaben II	Sutton Laboratory (ニューヨーク州チャタム)

【0163】

【表89】

実施例19液体ハンドソープ

成分	重量%
Calblend Clear (ナトリウムラウレススルフェート (および) コカミドDEA (および) コカミドプロピルベタイン)	30.00%
HMHEC1	00.50%
香料 (Strawberry)	00.25%
染料	00.05%
水	69.20%
合計	100.00%

【0164】

手順

HMHEC 1 を、ブレンダー中の攪拌水の渦に添加し、スラリーが形成されるまで混合した。スラリーの pH を 8.5 に調整し、45 分間もしくは十分に溶解するまで混合した。次に Calblend Clear 成分を添加した。これに香料および染料の添加が続いた。溶液を、各添加の間 5 分間、および成分全部が添加された後に 30 分間混合した。

【0165】

【表90】

実施例 19

液体ハンドソープ

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC 1	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ナトリウムラウレスルフェート (および) コカミド DEA (および) コカミドプロピルベタイン	Calblend Clear	Pilot Chemicals (カリフォルニア州サンタフェ)
香料	Strawberry	Flavor and Fragrance Specialties (ニュージャージー州フランクリンレイク)

【0166】

【表91】

実施例20

化粧固形石鹸

	成分	重量%
フェーズ I		
A	Croamol CAP (セテアリーオクタノエート、Croda Inc. (ニュージャージー州パルシパニー))	10.00%
B	Promyristyl PM3 (PPG3 ミリスチルエーテル、Croda)	50.00%
C	Procetyl AWS (PPG5-ceteth20, Croda)	08.00%
フェーズ II		
A	ステアリン酸ナトリウム	08.00%
B	HMHEC2	02.00%
フェーズ III		
A	脱イオン水	10.00%
B	プロピレングリコール	06.00%
C	グリセリン	06.00%
合計		100.00%

【0167】

手順

初めに、フェーズ I の成分をミキサー内で配合した。次に、混合し続けながら 80℃ に加熱した。ついで、フェーズ I I の成分をミキサーに添加し、混合の間その温度を維持した。ミキサー中の成分が均質に見えるや、フェーズ I I I の成分を一度に 1 つずつ添加した。スラリーが均質に見えるまで、ミキサーを、各添加の間中位の速度で運転した。次に、スラリーを混合しながら 65℃ に冷却し、ついで金型に注入してパック詰めした。

【0168】

【表92】

実施例 20

化粧固形石鹸

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC2	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
セテアリーオクタノエート	Croamol CAP	Croda Inc. (ニュージャージー州パルシパニー)
PPG3ミリスチルエーテル	Promyristyl PM3	Croda Inc.
PPG5-ceteth 20	Procetyl AWS	Croda Inc.

【0169】

【表93】

実施例 21A

便器用洗浄剤

X32415-81A

	成分	商標名	重量%
A	水		89.00
B	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC2	1.00
C	イソパラフィン中の合成コポリマー	Solagum SH210	1.50
D	非イオン表面活性剤； グルコースアルキルポリグルコース	Simusol SL10	5.50
E	くえん酸		3.00
合計			100.00

【0170】

手順

改質ヒドロキシエチルセルロースを、混合しながら水（A）の渦に添加し、5分間混合した。Solagumを、混合しながら15分間かけて滴下するようにして添加し、30分間混合した。これに、混合しながらSimusolおよびくえん酸の順々の添加が続き、ついでさらに15分間混合し、ついでパック詰めした。

【0171】

比較実施例21B便器洗浄剤X32415-81B

ヒドロキシエチルセルロース、Natrosol（登録商標）250HHRを、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0172】

【表94】

実施例21-便器洗浄剤テストデータ

室温

X32415-81A HMHEC-2

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	2.3	4	12	21,000	適度な曇り、無色、かなりの泡、分離なし
1週間	-	-	-	-	
4週間	1.6	4	12	13,400	かなり曇った、半透明、無色、なめらか、分離なし
8週間	2.8	4	12	11,750	激しい曇り、半透明、分離なし、わずかなチキソロピー
12週間	2.1	4	12	10,500	激しい曇り、半透明、均一、分離なし

X32415-81B NATROSOL 250HHR

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	2.3	4	12	33,200	適度な曇り、無色、かなりの泡、ごく粘性
1週間	-	-	-	-	
4週間	1.7	4	12	20,250	かなり曇った、半透明、無色、ごくわずかなチキソロピー
8週間	2.8	4	12	20,350	激しい曇り、半透明、分離なし、ごくわずかなチキソロピー
12週間	2.0	4	12	16,800	かなり曇った、半透明、均一、分離なし

【0173】

【表95】

実施例21ー便器洗浄剤テストデータ40°C恒X32415-81A HMHEC-2

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	1.6	4	12	4,100	かなり曇った、半透明、無色、なめらか、分離なし
8週間	未実施			未実施	
12週間	2.0	4	12	1,850	かなり曇った、半透明、均一、分離なし

X32415-81B NATROSOL 250HHR

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	1.6	4	12	4,750	かなり曇った、半透明、無色、ごくわずかなチキトピー
8週間	未実施			未実施	
12週間	2.0	4	12	1,870	適度な曇り、半透明、均一、分離なし

【0174】

【表96】

実施例21—便器洗浄剤 テストデータ

5℃冷蔵庫

X32415-81A HMHEC-2

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	1.6	4	12	17,950	かなり曇った、半透明、無色、なめらか、分離なし
8週間	2.7	4	12	18,200	激しい曇り、半透明、分離なし、わずかなチリ点
12週間	1.9	4	12	16,850	激しい曇り、半透明、均一、分離なし

X32415-81B NATROSOL 250HHR

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	1.5	4	12	31,250	かなり曇った、半透明、無色、ごくわずかなチリ点
8週間	2.8	4	12	28,900	激しい曇り、半透明、分離なし、ごくわずかなチリ点
12週間	2.0	4	12	25,350	適度な曇り、半透明、均一、分離なし

【0175】

【表97】

実施例21—便器洗浄剤テストデータ

冷凍/解凍

X32415-81A HMHEC-2

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	2.0	4	12	19,700	かなり曇った、無色、分離なし
2サイクル	2.1	4	12	19,450	かなり曇った、無色、分離なし
3サイクル	2.2	4	12	18,250	かなり曇った、無色、分離なし
4サイクル	1.9	4	12	15,250	かなり曇った、無色、分離なし
5サイクル	2.1	4	12	16,100	かなり曇った、無色、分離なし

X32415-81B NATROSOL 250HHR

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	2.0	4	12	34,450	かなり曇った、無色、分離なし
2サイクル	2.1	4	12	29,450	かなり曇った、無色、分離なし
3サイクル	2.2	4	12	29,750	かなり曇った、無色、分離なし
4サイクル	2.0	4	12	26,650	かなり曇った、無色、分離なし
5サイクル	2.2	4	12	28,250	かなり曇った、無色、分離なし

【0176】

HMHEC 2で作った便器洗浄剤は、室温、40℃、5℃、および冷凍/解凍サイクルにおいて分離を示さなかった。系のpHも、非常に低かった。

【0177】

【表98】

実施例21A&21B便器用洗浄剤

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC2	ハーキュリーズインコーポレーティッド（デラウェア州ウィルミントン）
ヒドロキシエチルセルロース	Natrosol（登録商標）250HHR	ハーキュリーズインコーポレーティッド（デラウェア州ウィルミントン）
合成コポリマー*	Solagum SH210*	Seppic Inc.（ニュージャージー州フェアフィールド）
非イオン表面活性剤**	Simusol SL10**	Seppic Inc.（ニュージャージー州フェアフィールド）

* Solagum SH210：イソパラフィンに分散した合成コポリマーの水溶液

** Simusol SL10：非イオン表面活性剤、グルコースアルキルポリグルコース

【0178】

【表99】

実施例22A便器用タブレット、リムブロック、シスターン式ブロックX31993-04A

	成分	商標名	重量%
A	線状アルキルベンゼンスルホネート	Ufaryl DL85	50.00
B	PEG 150	Carbowax 8000	10.00
C	牛脂脂肪酸 MEA	Serdolamide PVE87	3.00
D	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC1	9.00
E	炭酸マグネシウム		4.00
F	硫酸ナトリウム		20.00
G	香料	F&FS "Wildflower"	4.00
合計			100.00

【0179】

手順

香料を除く成分それぞれを、混合しながら遅い速度でキッチンミキサーのボウルに添加した。各添加後、混合物を2分間攪拌し、停止し、ケーキングを避けて両側をかき取り、1分間再び続けた。香料を、混合しながら遅い速度で混合物の上に噴霧することにより添加し、ついで均質になるまでたびたびかき取りながら混合を10分間続けた。ついで配合物を、ミキサーの肉グラインダー付属部品の小穴ダイを通して押し出した。ついで、押出材料をタブレットにプレスした。配合物は、所望のpH、密度、溶解度などを得るために必要なら、珪酸ナトリウム、シリカ類、炭酸ナトリウム、くえん酸ナトリウムなどの他の塩類も含むことが可能だった。

【0180】

比較実施例22B便器用タブレット、リムブロック、シスターン式ブロックX31993-04B

グアーガム、S i p e r c o l（登録商標）Uを、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0181】

【表100】

実施例22-タンク式便器用洗浄剤 テストデータ

24時間シェーカーテスト

HMHEC-1 X31993-04A

	タブレット			沈降/沈殿			水
	膨潤	ゲル層	浸蝕	粒量	粒度	ゲル量	
シェーカー、静止	やや小?	丸まった	わずか	無	無	わずか	透明
シェーカー 渦巻いた	初期の50%		激	激	大		透明
シェーカー、沈降	初期の50%		中位/激	無		激	わずかな量り

Supercol U X31993-04B

	タブレット			沈降/沈殿			水
	膨潤	ゲル層	浸蝕	粒量	粒度	ゲル量	
シェーカー、静止	5%	結晶性?	無	無	無	微量	澄んだ黄色
シェーカー 渦巻いた	初期の50%		激	激	中位		澄んだ黄色
シェーカー、沈降	初期の50%		激	無		激	わずかに曇った黄色

【0182】

【表101】

実施例22-タンク式便器用洗浄剤テストデータ

48時間シェーカーテスト

HMHEC-1 X31993-04A

	タブレット			沈降/沈殿			水
	膨潤	ゲル層	浸蝕	粒量	粒度	ゲル量	
シェーカー、静止			50%	微量	無	3/4 " 激	透明
シェーカー 渦巻いた			80%	激	非常に大		かなりの曇り
シェーカー、沈降			75%	懸濁なし		1/2 "	わずかな曇り

Supercol U X31993-04B

	タブレット			沈降/沈殿			水
	膨潤	ゲル層	浸蝕	粒量	粒度	ゲル量	
シェーカー、静止		不規則	30%	無	無	1/4 "	澄んだ黄色
シェーカー 渦巻いた				激	非常に大		淡黄色
シェーカー、沈降			75%	懸濁なし		1/2 "	わずかな曇り

【0183】

固体タンク式便器用洗浄剤において、HMHEC1に基づく配合物“A”は、Supercol（登録商標）系配合物“B”とほぼ同じ性能を示した。

【0184】

【表102】

実施例 22A & 22B便器用タブレット、リムブロック、シスターン式ブロック

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC1	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
グアーガム	Supercol (登録商標) U	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
線状アルキルベンゼンスルホネート	Ufaryl DL85	Lidochem, Inc. (ニュージャージー州ハツレット)
PEG150	Carbowax 8000	Union Carbide Corp. (ニューヨーク州タリータウン)
牛脂脂肪酸MEA	Serdolamide PVE87	Servo Delde BV (オランダ)
香料 "Wildflower"	F&FS #42697	Flavor & Fragrance Specialties (ニュージャージー州フランクリンレイクス)

【0185】

【表103】

実施例23A液体洗濯用洗剤X31993-45A

	成分	商標名	重量%
フェーズI			
A	水		72.727
B	ドデシルベンゼンスルホン酸	Witco 1298	2.273
C	プロピレングリコール		2.273
D	アルコールエトキシレート	Witconol 25-7	6.818
E	PEG-5 コカミン	Varonic K205	5.909
F	トリエタノールアミン		0.909
フェーズII			
G	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3	0.091
H	水		8.999
合計			100.00

【0186】

手順

フェーズIの水(A)を、容器に装填して攪拌した。フェーズIの成分(B、C、D、E、F)を、ゆっくり順々に渦に添加し、各添加後5分間混合した。最後の添加後、フェーズIを30分間混合した。別の容器で、ポリマー(G)を、混合しながらフェーズIIの水(H)の渦に添加した。フェーズIIのpHを8.0~8.5に調整し、30分間混合してポリマーを溶解した。フェーズIIを、混合しながら徐々にフェーズIに添加した。配合物を容器に注入した。

【0187】

比較実施例23B液体洗濯用洗剤X31993-45B

改質ヒドロキシエチルセルロースを上記処方から除き、代わりに同量の水を用いた。同じ手順が続いた。

【0188】

【表104】

実施例23—液体洗濯用洗剤 テストデータ

室温

X31993-45A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	8.0	2	12	150.0	透明、淡黄色、分離なし
1週間	-	-	-	-	
4週間	8.2	1	12	131.5	透明、淡黄色、分離なし
8週間					
12週間					

X31993-45B ポリマーなし

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	8.0	1	12	107.0	透明、淡黄色、分離なし
1週間	-	-	-	-	
4週間	8.2	1	12	107.0	透明、淡黄色、分離なし
8週間					
12週間					

【0189】

【表105】

実施例23-液体洗濯用洗剤テストデータ

40°C 恒

X31993-45A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	8.2	1	12	130.0	透明、淡黄色、底部に微量繊維
8週間					
12週間					

X31993-45B ポリマーなし

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	8.2	1	12	113.0	透明、淡黄色、底部にごく微量繊維
8週間					
12週間					

【0190】

【表106】

実施例23—液体洗濯用洗剤 テストデータ

5℃冷蔵庫

X31993-45A HMHEC-3

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	8.2	1	12	139.0	透明、淡黄色、分離なし
8週間					
12週間					

X31993-45B ポリマーなし

	pH	スピントル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	8.3	1	12	108.0	透明、淡黄色、分離なし
8週間					
12週間					

【0191】

【表107】

実施例23—液体洗濯用洗剤 テストデータ

冷凍/解凍

X31993-45A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	8.3	1	12	139.0	透明、淡黄色、分離なし
2サイクル	8.1	1	12	134.5	透明、淡黄色、分離なし
3サイクル	8.3	1	12	134.0	透明、淡黄色、分離なし
4サイクル	8.0	1	12	137.0	透明、淡黄色、分離なし
5サイクル	8.3	1	12	134.5	透明、淡黄色、分離なし

X31993-45A ポリマーなし

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	8.5	1	12	101.0	透明、淡黄色、分離なし
2サイクル	8.1	1	12	105.0	透明、淡黄色、分離なし
3サイクル	8.3	1	12	108.5	透明、淡黄色、分離なし
4サイクル	8.2	1	12	108.0	透明、淡黄色、分離なし
5サイクル	8.5	1	12	107.5	透明、淡黄色、分離なし

【0192】

HMHEC 3で作った液体洗濯用洗剤は、ポリマーなしの対照と比較して、ほぼ40%大きな粘度を与えた。それは、3つの全温度条件および冷凍/解凍サイクルで安定していた。

【0193】

【表108】

実施例23A&23B液体洗濯用洗剤

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ドデシルベンゼンスルホン酸	Witcol298	Witco Corporation (コネチカット州グリニッジ)
アルコールエトキシレート	Witconol25-7	Witco Corporation (コネチカット州グリニッジ)
PEG-5ココミン	Varonic K205	Witco Corporation (コネチカット州グリニッジ)

【0194】

【表109】

実施例24洗濯用予備染み抜き剤

成分	重量%
水	77.10%
HMHEC2	00.25%
Witconol25-7 (Witco)	07.00%
Varonic K205 (Witco)	04.00%
Witconate45* 液体 (Witco)	10.00%
D'limonene	01.00%
メチルパラベン	00.15%
香料	00.50%
合計	100.00%

* Witconate45 : ナトリウムドデシルベンゼンスルホネートおよび
ナトリウムキシレンスルホネート

【0195】

手順

成分を、上記した順序でミキサー内で絶えず攪拌しながら添加した。成分の混

合物に塊がなくなり、均質になるまで、混合を続けた。

【0196】

【表110】

実施例24A

洗濯用予備染み抜き剤

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC2	ハーキュリーズインコーポレーティッド(デラウェア州ウィルミントン)
アルコールエトキシレート	Witcol25-7	Witco Corporation (コネチカット州グリニッジ)
PEG-5ココミン	Varonic K205	Witco Corporation (コネチカット州グリニッジ)
ナトリウムドデシルベンゼンスルホネートおよびナトリウムキシレンスルホネート	Witconate45	Witco Corporation

【0197】

【表111】

実施例 25 A液体研磨洗浄剤X 3 1 9 9 3 - 2 0 A

	成分	商標名	重量%
フェーズ I			
A	水		82.83
B	炭酸カルシウム		12.50
C	アクリルポリマー	Acusol 820	1.00
D	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC1	0.50
フェーズ II			
E	ベントナイトクレー	Bentone EW	0.20
F	水		2.30
フェーズ III			
G	ノンオキシノール-12	Igepal CO-720	0.50
フェーズ IV			
H	NaOH 溶液、5.0%		0.17
合計			100.00

【0198】

手順

フェーズ I の水 (A) を容器に装填して、攪拌した。成分 (B、C、D) を、混合しながら順々に水 (A) に添加した。Bentone (E) をフェーズ II の水 (F) にスラリー化し、スラリーを混合しながらフェーズ I に添加した。Igepal (G) をこの混合物に添加し、20 分間混合した。混合物の pH を、NaOH 溶液 (H) で 8.5 に上げた。混合を 30 分間続け、ついで生成物をパック詰めした。

【0199】

比較実施例 25 B液体研磨洗浄剤X 3 1 9 9 3 - 2 0 B

ヒドロキシプロピルセルロース、Klucel (登録商標) HF を、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0200】

【表 112】

実施例25-液体研磨洗浄剤テストデータ

室温

X31993-20A HMHEC-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	8.7	4	12	9,350	OK、分離なし、淡色かつ色ローション状態濁液
1週間	8.1	3	12	4,980	頭部に透明液体、全体に離液、攪拌OK
4週間	-	-	-	-	
8週間	8.0	3	12	2,930	頭部に3/4"透明液体、軟沈降液体、振とうで再混合
12週間					

X31993-20B KLUCEL HF

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	8.7	4	12	15,100	OK、分離なし、淡色かつ色ローション状態濁液
1週間	8.4	4	12	10,500	頭部に透明液体、全体に離液、攪拌OK
4週間	-	-	-	-	
8週間	8.0	3	12	2,970	20A Plusに等しい離液あるいは全体に気孔
12週間					

【0201】

【表113】

実施例25—液体研磨洗浄剤テストデータ

40℃恒温

X31993-20A HMHEC-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	8.2	3	12	4,010	頭部に3/4 "透明液体、硬沈降なし
4週間	-	-	-	-	
8週間	8.1	3	12	2,360	頭部1 "に透明液体、軟沈降固体、振とうで再混合
12週間					

X31993-20B KLUCEL HF

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	8.3	4	12	7,200	頭部に3/4 "透明液体、全体に懸液、攪拌OK
4週間	-	-	-	-	
8週間	8.6	3	12	3,280	20Bに等しい、室温
12週間					

【0202】

【表114】

実施例25—液体研磨洗浄剤テストデータ

5℃冷蔵庫

X31993-20A HMHEC-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	8.3	3	12	7,280	泡立った、ピンク、分離なし
4週間	-	-	-	-	
8週間	8.2	3	12	6,530	頭部に1/8"透明液体、全体に均一に懸液、撹拌
12週間					

X31993-20B KLUCEL HF

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	8.3	4	12	14,600	泡立った、ピンク、分離なし
4週間	-	-	-	-	
8週間	8.6	3	12	12,700	頭部に1/8"透明液体、全体に均一に懸液、撹拌
12週間					

【0203】

【表115】

実施例25—液体研磨洗浄剤 テストデータ

冷凍/解凍

X31993-20A HMHEC-1

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	8.7	2	12	1,402	頭部に1/2 "透明液体、全体に薄く、水状
2サイクル	8.5	2	12	945	頭部に3/4 "透明液体、全体に液体の離液
3サイクル	8.4	2	12	678	頭部に1/4 "透明液体、底部に白沈殿
4サイクル					3サイクルのように3~4相、未実施
5サイクル	7.9	2	12	495	3サイクルのように3~4相、未実施

X31993-20B KLUCEL HF

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	8.8	3	12	4,010	多分頭部全体に泡立った、分離なし
2サイクル	8.5	3	12	2,670	全体に泡立った、分離なし
3サイクル	8.4	3	12	1,950	全体に泡立った、分離なし
4サイクル	7.9	3	12	1,760	頭部に1/8 "透明液体、沈降なし、頭部近くに油状水滴
5サイクル	8.1	3	12	1,510	分離なし(4つのサイクルで攪拌)

【0204】

HMHEC1で作った液体研磨剤は、室温、40℃および5℃の研究で、Klucel（登録商標）で作った配合物“B”とほぼ同じ性能を示した。“B”は、冷凍/解凍サイクルではより良好な性能を示した。

【0205】

【表116】

実施例 25 A & 25 B液体研磨洗浄剤

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC1	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
アクリルポリマー	Acusol 820	Rohm and Haas Co. (ペンシルバニア州フィラデルフィア)
ベントナイトクレー	Bentone EW	Rheox, Inc. (ニュージャージー州ハイツタウン)
ノンオキシノール-12	Igepal CO-720	Rhone-Poulenc (ニュージャージー州クランバリー)

【0206】

【表117】

実施例 26 A繊維サイジングスプレーX32415-92A

	成分	商標名	重量%
フェーズ I			
A	脱イオン水		68.35
B	改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3	0.50
C	カルボキシメチルセルロース	Aqualon (登録商標)、7LT*	1.00
フェーズ II			
D	脱イオン水		30.00
E	ナトリウムラウリルスルフェート	Witcolate A	0.05
F	メチルパラベン	Methylparasept	0.10
合計			100.00

* CMC 7LT: 0.65~0.90のカルボキシメチル置換と、25℃ 30rpmで25~50cpsの2%水性ブルックフィールド粘度とを有するナトリウムカルボキシメチルセルロース

【0207】

手順

フェーズ I において、ポリマー改質ヒドロキシエチルセルロース (B) およびカルボキシメチルセルロース (C) を、混合しながら水 (A) の渦に添加した。混合物の pH を 8.5 に調整し、溶液を、45 分間もしくはポリマーが十分に溶解するまで混合した。別の容器で、界面活性剤 (E) および防腐剤 (F) を、フェーズ II の水 (D) に添加し、これらの成分が十分に溶解するまで混合した。ついでフェーズ II 溶液をフェーズ I 溶液の渦に添加して、10 分間もしくは塊がなくまるまで混合した。ついでこの配合物を容器に詰めた。

【0208】

比較実施例 26B織物サイジングスプレーX32415-92B

グアーヒドロキシプロピルトリモニウムクロリド、H-Hance (登録商標) 3196 を、上記処方の改質ヒドロキシエチルセルロースの代わりに用いた。同じ手順が続いた。

【0209】

【表 118】

実施例26-繊維物サイジングスプレーテストデータ

室温

X32415-92A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	7.1	2	12	457.5	かなり曇った、無色、分離なし
1週間	-	-	-	-	
4週間	7.0	2	12	332.5	頭部の80%は曇り、無色 底部の20%は白沈殿、混合OK
8週間	6.9	2	12	310.0	全体に均一にかなり曇り、相分離なし、沈降なし
12週間	6.9	2	12	275.0	かなり曇った、無色、分離なし

X32415-92B N-HANCE3196

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1日	6.4	1	12	15.5	頭部の1/2は透明、無色；底部の1/2は白沈殿
1週間	-	-	-	-	
4週間	6.4	1	12	18.5	頭部の70%は曇り、無色；底部の30%は白沈殿、混合OK
8週間	6.2	1	12	15.5	頭部の70%は曇り、無色；底部の30%は白沈殿、混合OK
12週間	6.4	1	12	14.5	80/20：透明、無色/白色、ガム状、ゲル状沈殿；攪拌

【0210】

【表119】

実施例26-繊維物サイジングスプレーテストデータ

40℃恒温

X32415-92A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	6.6	2	12	215.0	頭部の90%は曇り、無色 底部の10%は白沈殿、混合難
8週間	6.6	2	12	190.0	全体に均一にかなり曇り、相分離なし、沈降なし
12週間	6.7	2	12	150.0	かなり曇った、無色、分離なし

X32415-92B N-HANCE3196

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	6.5	1	12	15.5	頭部の70%は曇り、無色 底部の30%は白沈殿、塊形成
8週間	6.3	1	12	17.5	頭部の70%は曇り、無色 底部の30%は白沈殿、再混合難
12週間	未実施	1		未実施	80/20: 透明、無色/白色、ガム状ゲル塊: 攪拌せず

【0211】

【表120】

実施例26—織物サイジングスプレー テストデータ

5℃冷蔵庫

X32415-92A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	6.7	2	12	367.5	適度な曇り、底部にごくわずかな沈殿、再混合せず
8週間	6.6	2	12	357.5	かなり曇った、底部にわずかな曇ったゲル—再混合せず
12週間	6.8	2	12	317.5	かなり曇った、無色、分離なし

X32415-92B N-HANCE3196

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1週間	-	-	-	-	
4週間	6.2	1	12	16.5	頭部の70%は曇り、無色 底部の30%は白沈殿、混合OK
8週間	6.3	1	12	18.5	頭部の70%は曇り、無色 底部の30%は白沈殿、混合OK
12週間	6.4	1	12	15.5	80/20：透明、無色/白色ガム状、ゲル状沈殿：攪拌

【0212】

【表121】

実施例26—織物サイジングスプレーテストデータ

冷凍/解凍

X32415-92A HMHEC-3

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	7.0	2	12	442.5	適度な曇り、無色
2サイクル	6.7	2	12	410.0	かなり曇った、無色、均一
3サイクル	6.9	2	12	427.5	かなり曇った、無色、均一
4サイクル	7.1	2	12	415.0	かなり曇った、無色、均一
5サイクル	7.1	2	12	372.5	かなり曇った、無色、均一

X32415-92B H-HANCE3196

	pH	スピンドル	RPM	粘度	コメント
1サイクル	6.4			未実施	頭部の50%は透明液状; 底部の50%は白沈殿
2サイクル	6.3			未実施	頭部の50%は透明液状; 底部の50%は白沈殿
3サイクル	6.2			未実施	頭部の70%は透明液状; 底部の30%は白沈殿
4サイクル	未実施			未実施	頭部の70%は透明液状; 底部の30%は白沈殿
5サイクル	未実施			未実施	頭部の70%は透明液状; 底部の30%は白沈殿

【0213】

HMHEC3で作った織物サイジングスプレーは、H-Hance（登録商標）3196で作った配合物“B”よりもほぼ30倍も粘度が大きかった。それは、室温、40℃、5℃、および冷凍/解凍サイクルで、配合物“B”に勝る改善された安定性を与えた。

【0214】

【表122】

実施例26A&26B織物サイジングスプレー

使用製品源および説明

一般名またはCTFA採用名	商標名	提供者
改質ヒドロキシエチルセルロース	HMHEC3	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
カルボキシメチルセルロース	Aqualon, 7LT	ハーキュリーズインコーポレーティッド (デラウェア州ウィルミントン)
ナトリウムラウリルスルフェート	Witcolate A	Witco Corporation (コネチカット州グリニッジ)
メチルパラベン	Methylparasept	Nipa Hardwick, Inc. (デラウェア州ウィルミントン)

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No. PCT/US 98/24532					
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 6 C11D3/22 C11D3/43 A61L9/01 A01N31/00 C11D17/08 C11D11/00 C11D17/00 C11D3/00 A61K7/16 A61K7/06					
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC					
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 A61L A01N C11D A61K					
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched					
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)					
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT					
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages				Relevant to claim No.
E	EP 0 878 189 A (HERCULES) 18 November 1998 see page 2, line 45-49; claims 1-41				1-14, 18-21, 23, 27-29, 31,33-36
X	US 4 228 277 A (L. M. LANDOLL) 14 October 1980 cited in the application see column 9, paragraph 2; claims 1-4,6				1,8,9, 13,18, 19,22,23
X	US 5 100 658 A (R.E. BOLICH ET AL.) 31 March 1992 cited in the application see claims 1,2,6,7				1,8-10, 13,18, 22,33-35
-/-					
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.					
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "A" document member of the same patent family					
Date of the actual completion of the international search 1 March 1999			Date of mailing of the international search report 22/03/1999		
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentleer 2 NL - 2200 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 600 NL Fax. (+31-70) 340-3016			Authorized officer Van Bellingen, I		

1

FORM PCT/ISA/210 (2003/01) (July 2003)

page 1 of 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

 International Application No.
 PCT/US 98/24532

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 104 646 A (R.E. BOLICH ET AL.) 14 April 1992 cited in the application see claims 1,2,4-7,11,23	1-4,8, 13,18, 19,22, 23,33-35
X	US 5 106 609 A (R.E. BOLICH ET AL.) 21 April 1992 cited in the application see claims 1,2,5-7,23	1-4,8, 13,18, 22,23, 33-35
X	US 5 670 137 A (J.M. ASCIONE) 23 September 1997 see column 3, line 38-42; claims 1,5	1-3,8,9, 13,33-35
A	DE 196 29 248 A (KAO) 23 January 1997 see page 4, last paragraph - page 5, paragraph 1; claims 1,3	1,4-6,8, 18,32, 34,35
P,A	WO 98 19717 A (HERCULES) 14 May 1998 see claim 10	15
A	HERCULES: "Substantivity to hair of hydrophobically-modified hydroxyethylcellulose" RESEARCH DISCLOSURE., no. 252, April 1985, page 165 XP002095063 HAYANT GB See N° 25202 see the whole document	1,18
A	DATABASE WPI Week 9515 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 95-110501 XP002095064 & JP 07 033608 A (JAPAN TOBACCO) , 3 February 1995 see abstract	16
A	DATABASE WPI Week 9646 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 96-461608 XP002095065 & JP 08 231995 A (SEKISUI CHEM. IND. CO.) , 10 September 1996 see abstract	30
A	DE 28 06 450 A (HOFFMAN'S STÄRKEFABRIKEN) 16 August 1979 see page 6, last paragraph; claim 1	24-26

1

-/--

Form PCT/ISA/219 (continuation of second sheet) (July 1992)

page 2 of 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern: 'al Application No
PCT/US 98/24532

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>DATABASE WPI Week 9550 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 95-390584 XP002095066 & JP 07 268393 A (NISSHIN YUSHI KAGAKU) , 17 October 1995 see abstract</p>	17

1

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

page 3 of 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No.

PCT/US 98/24532

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 878189 A	18-11-1998	AU 6486598 A CA 2237367 A JP 11005801 A	12-11-1998 12-11-1998 12-01-1999
US 4228277 A	14-10-1980	CA 1140541 A DE 3004161 A GB 2043646 A,B JP 1028041 B JP 1545246 C JP 55110103 A NL 8000786 A,B,	01-02-1983 21-08-1980 08-10-1980 31-05-1989 15-02-1990 25-08-1980 14-08-1980
US 5100658 A	31-03-1992	AT 131381 T AU 646398 B AU 6016190 A CA 2022468 A,C CN 1049785 A,B DE 69024129 D DE 69024129 T DK 412705 T EP 0412705 A ES 2088975 T FI 97684 B GR 3018414 T IE 70660 B JP 3141210 A MX 167206 B NZ 234794 A TR 26065 A	15-12-1995 24-02-1994 07-02-1991 08-02-1991 13-03-1991 25-01-1996 13-06-1996 22-04-1996 13-02-1991 01-10-1996 31-10-1996 31-03-1996 11-12-1996 17-06-1991 09-03-1993 26-01-1994 15-12-1994
US 5104646 A	14-04-1992	AT 128349 T AU 646811 B AU 6016090 A CA 2022469 A CN 1049969 A DE 69022670 D EP 0412706 A JP 3141214 A NZ 234795 A	15-10-1995 10-03-1994 07-02-1991 08-02-1991 20-03-1991 02-11-1995 13-02-1991 17-06-1991 26-01-1994
US 5106609 A	21-04-1992	AT 125151 T AU 646637 B AU 6015990 A CA 2022463 A,C CN 1056051 A,B DE 69020978 D DE 69020978 T DK 412710 T EP 0412710 A ES 2074539 T HK 207996 A IE 67804 B JP 3218306 A MX 171876 B NZ 234797 A	15-08-1995 03-03-1994 07-02-1991 08-02-1991 13-11-1991 24-08-1995 14-12-1995 11-12-1995 13-02-1991 16-09-1995 29-11-1996 01-05-1996 25-09-1991 22-11-1993 26-01-1994
US 5670137 A	23-09-1997	NONE	

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 1997)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No.

PCT/US 98/24532

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 19629248 A	23-01-1997	JP 9030936 A	04-02-1997
WO 9819717 A	14-05-1998	US 5741482 A	21-04-1998
		AU 4991197 A	29-05-1998
DE 2806450 A	16-08-1979	NONE	

Form PCT/ISA210 (patent family annex) (July 1992)

page 2 of 2

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7	識別記号	F I	テ-マ-ド (参考)
C 1 1 D	3/00	C 1 1 D	3/00
	3/43		3/43
	11/00		11/00
	17/00		17/00
	17/08		17/08
(81) 指定国	EP (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OA (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AP (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), EA (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, UZ, VN, YU, ZW		
Fターム (参考)	4C080 AA06 BB04 BB05 BB06 HH04 KK06 KK08 LL04 MM02 MM15 MM23 MM24 QQ03 4C083 AB032 AB051 AC022 AC072 AC101 AC111 AC121 AC122 AC131 AC242 AC302 AC392 AC482 AC532 AC542 AC642 AC662 AC782 AC792 AD211 AD241 AD272 AD281 AD282 AD351 AD352 AD512 BB36 CC20 CC23 CC33 CC38 CC41 DD23 DD27 FF05 4H003 AB10 AB15 AC03 AC13 DA01 DA02 DA05 DA17 EB04 EB05 EB16 EB42 ED02 FA34 4H011 AA02 AC01 BA05 BB06 BB11 BB14 BB15 BC03 BC04 BC06 BC07 BC08 BC18 BC19 BC22 DA13 DA16 DA17 DD05 DD07 DH10 DH14		

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.